Propozycje dotyczące metod oznaczania jakości, metod próbobrania, niezbędnego wyposażenia wykorzystywanego do oceny jakości, znakowania, opakowań i warunków przechowywania najbardziej perspektywicznych produktów rolno-spożywczych oferowanych na Platformie Żywnościowej

– raport tematyczny nr 4

wykonany przez
Instytut Biotechnologii Przemysłu Rolno-Spożywczego im. prof. Wacława Dąbrowskiego,

Projekt pt.„Platforma Żywnościowa”, akronim SELLFOOD, finansowany przez Narodowe Centrum Badań i Rozwoju w ramach programu „Społeczny i gospodarczy rozwój Polski w warunkach globalizujących się rynków” GOSPOSTRATEG,
na podstawie Umowy nr Gospostrateg1/385521/2/NCBR/2018

WARSZAWA, luty 2019

Niniejszy raport jest wynikiem prac analitycznych zrealizowanych przez Instytut Biotechnologii Przemysłu Rolno-Spożywczego w Warszawie. W opracowaniu przedstawiono wymagania jakościowe, metody oznaczania jakości, metody próbobrania, niezbędne wyposażenie wykorzystywane do oceny jakości, znakowanie, opakowanie i warunki przechowywania produktów rolno-spożywczych, wskazanych jako najbardziej perspektywiczne do przeprowadzenia pilotażowego wdrożenia do obrotu w ramach platformy obrotu towarowego, tzw. *Platformy Żywnościowej. Platforma żywnościowa* jest elektroniczną platformą obrotu surowcami rolnymi i rolno-spożywczymi, która powstaje w ramach projektu finansowanego przez Narodowe Centrum Badań i Rozwoju w ramach programu strategicznego „Gospostrateg". Projekt powstał z inicjatywy Ministerstwa Rolnictwa i Rozwoju Wsi, a koncepcja utworzenia tzw. „Platformy Żywnościowej" została wcześniej nakreślona w Strategii na Rzecz Odpowiedzialnego Rozwoju do 2020 (z perspektywą do 2030) Rządu RP. Projekt realizowany jest przez konsorcjum złożone z Krajowego Ośrodka Wsparcia Rolnictwa (KOWR) (lider projektu), Instytutu Biotechnologii Przemysłu Rolno-Spożywczego (IBPRS) oraz Instytutu Ekonomiki Rolnictwa i Gospodarki Żywnościowej (IERIGŻ-PIB). Głównymi celami projektu jest wypracowanie systemowych rozwiązań funkcjonowania rynku oraz pilotażowe uruchomienie elektronicznej platformy obrotu surowcami rolnymi i rolno-spożywczymi. IBPRS realizuje zadania w ramach fazy badawczej projektu, w wyniku których efektem są dwa raporty tematyczne:

Raport nr 4 – Propozycje dotyczące metod oznaczania jakości, metod próbobrania, niezbędnego wyposażenia wykorzystywanego do oceny jakości, znakowania, opakowań i warunków przechowywania najbardziej perspektywicznych produktów rolno-spożywczych oferowanych na *Platformie Żywnościowej*

Raport nr 5 – Określenie zagrożenia wystąpienia substancji skażających dla produktów rolno-spożywczych oferowanych na *Platformie Żywnościowej*

W opracowaniu niniejszego raportu tematycznego nr 4 uczestniczył następujący zespół wykonawców:

Koordynator Projektu w IBPRS: *Dr inż. Sylwia Skąpska*

Autorzy rozdziałów:

- Ziarno pszenicy: *dr inż. Anna Szafrańska, mgr inż. Karolina Dąbkowska, mgr inż. Magdalena Gońda, mgr inż. Joanna Sinicyn, mgr inż. Elżbieta Słowik, mgr inż. Wojciech Górniak, mgr inż. Jadwiga Rothkaehl*

- Cukier: *dr inż. Andrzej Baryga, dr Bożena Połeć, mgr inż. Teresa Sumińska, mgr inż. Małgorzata Kowalska, inż. Julia Jaworska, mgr inż. Marlena Sierakowska*

- Zagęszczony sok jabłkowy: *dr inż. Sylwia Skąpska, dr hab. inż. Krystian Marszałek, prof. IBPRS, mgr inż. Joanna Danielczuk, mgr inż. Urszula T. Jasińska*

- Odtłuszczone mleko w proszku: *dr inż. Elżbieta Wojtowicz, dr inż. Krzysztof Przygoński, mgr Hanna Stróżycka, inż. Irena Jóźwiak*

- Mięso wieprzowe: *dr hab. inż. Dariusz Lisiak, prof. IBPRS, dr hab. Karol Borzuta, prof. IBPRS, dr Piotr Janiszewski*

Autorzy opracowań składają serdeczne podziękowania przedstawicielom krajowych organizacji producentów rolnych i przetwórców, którzy wzięli udział w organizowanych przez KOWR i IBPRS konsultacjach dotyczących zakresu merytorycznego raportu, a zwłaszcza

- Stowarzyszeniu Młynarzy RP
- Stowarzyszeniu Krajowa Unia Producentów Soków

WPROWADZENIE 1

I. ZIARNO PSZENICY 1

Wstęp 1

1. Kryteria kwalifikowalności dla ziarna pszenicy 4
2. Minimalne wymagania jakościowe 5
3. Metody oznaczania jakości 7
4. Metody próbobrania 62
5. Wyposażenie niezbędne do oceny jakości ziarna pszenicy w laboratorium przy magazynie 70
6. Opakowanie 76
7. Znakowanie 77
8. Warunki przechowywania 79
9. REKOMENDACJE DLA POTRZEB *PLATFORMY ŻYWNOŚCIOWEJ* 108

LITERATURA 127

AKTY PRAWNE 131

II. CUKIER 133

Wstęp 133

1. Kryteria kwalifikowalności dla cukru 136
2. Minimalne wymagania jakościowe 140
3. Metody badania jakości 141
4. Metody próbobrania 143
5. Wyposażenie niezbędne do badań jakości cukru w laboratorium przy magazynie 145
6. Opakowanie 146
7. Znakowanie 148
8. Warunki przechowywania 150
9. REKOMENDACJE DLA POTRZEB *PLATFORMY ŻYWNOŚCIOWEJ* 154

LITERATURA 158

AKTY PRAWNE 159

III. ZAGĘSZCZONY SOK JABŁKOWY 161

Wstęp 161

1. Kryteria kwalifikowalności dla zagęszczonego soku jabłkowego 162
2. Minimalne wymagania jakościowe 164
3. Metody badania jakości 169
4. Metody próbobrania 174
5. Wyposażenie niezbędne do oceny jakości zagęszczonego soku jabłkowego w laboratorium przy magazynie 175

6. Opakowanie 176
7. Znakowanie 176
8. Warunki przechowywania 181
9. REKOMENDACJE DLA POTRZEB *PLATFORMY ŻYWNOŚCIOWEJ* 183
LITERATURA 195
AKTY PRAWNE 197

IV. ODTŁUSZCZONE MLEKO W PROSZKU 198
Wstęp 198
1. Kryteria kwalifikowalności dla odtłuszczonego mleka w proszku 199
2. Minimalne wymagania jakościowe 200
3. Metody badania jakości 201
4. Metody próbobrania 227
5. Wyposażenie niezbędne do oceny jakości odtłuszczonego mleka w proszku w laboratorium przy magazynie 230
6. Opakowanie 231
7. Znakowanie 232
8. Warunki przechowywania 233
9. REKOMENDACJE DLA POTRZEB *PLATFORMY ŻYWNOŚCIOWEJ* 234
LITERATURA 240
AKTY PRAWNE 241

V. TUSZE WIEPRZOWE 243
1. Kryteria kwalifikowalności dla półtusz wieprzowych 243
2. Minimalne wymagania jakościowe 243
3. Metody badania jakości i 256
4. Metody próbobrania 256
5. Wyposażenie niezbędne do oceny jakości półtusz wieprzowych w laboratorium przy magazynie 257
6. Opakowanie 258
7. Znakowanie 258
8. Warunki przechowywania 258
9. Wymagania dodatkowe 258
10. REKOMENDACJE DLA POTRZEB *PLATFORMY ŻYWNOŚCIOWEJ* 273
LITERATURA 275
AKTY PRAWNE 275

VI. ZELECENIA OGÓLNE DLA MAGAZYNÓW AUTORYZOWANYCH I LABORATORIÓW ODWOŁAWCZYCH 276
1. Uprawnienia rzeczoznawcy 276
2. Zalecenia metrologiczne 276

3. Grupy Robocze ds. Standardów Jakościowych 277
4. Zalecenia dla laboratoriów odwoławczych 277

WPROWADZENIE

Platforma Żywnościowa, jako elektroniczna platforma transakcyjna towarów rolno-spożywczych, w początkowym okresie działalności będzie przede wszystkim miejscem dokonywania transakcji typu SPOT. Oznacza to, że musi dysponować zapleczem magazynowym, umożliwiającym składowanie oferowanych partii towarów na okres trwania procedury przetargowej, od momentu dostawy aż do momentu jej odebrania zgodnie z ustalonymi regułami przez kupującego po rozliczeniu finansowym transakcji. Niezbędne jest też stworzenie takiego systemu przyjmowania partii towarów do magazynu, aby kupujący miał pewność, iż odbierze towar zgodny ze specyfikacją w zakresie ilości i jakości.

Zamiarem inicjatorów powstania w Polsce tej formy handlu towarami rolno-spożywczymi jest to, aby:

- każdy uczestnik „Platformy" – po spełnieniu określonych wymagań formalnych – mógł zarówno sprzedawać, jak i kupować towary w jej ramach,
- jej uczestnikami byli zarówno producenci jak i jednostki handlujące towarami, w tym także firmy prowadzące sprzedaż eksportową. Możliwe będzie aktywne uczestnictwo podmiotów zagranicznych,
- obrót towarami odbywał się zgodnie ustalonymi regułami.

Celem zadania było przedstawienie propozycji dotyczących:

- metod oznaczania jakości,
- metod próbobrania,
- niezbędnego wyposażenia wykorzystywanego do oceny jakości,
- znakowania towaru,
- sposobu opakowania,
- warunków przechowywania

dla pięciu najbardziej perspektywicznych produktów rolno-spożywczych, które mogą stanowić przedmiot obrotu na platformie żywnościowej. Produkty zostały wskazane przez Instytutu Ekonomiki Rolnictwa i Gospodarki Żywnościowej na podstawie przeprowadzonych analiz krajowego rynku produktów rolno-spożywczych i przedstawione w Raporcie nr 1 z projektu. W ramach analizowanych rynków, do produktów o potencjalnie największym znaczeniu dla obrotu na Platformie Żywnościowej wskazano:

- ziarno pszenicy,
- cukier,
- zagęszczony sok jabłkowy,

- odtłuszczone mleko w proszku,
- tusze wieprzowe.

W Raporcie tematycznym nr 2 IERiGŻ-PIB zaproponowano, minimalne wymagania jakościowe i klasyfikację wyżej wymienionych pięciu produktów w obrocie na *Platformie Żywnościowej*. Powyższe wymagania wypracowano w drodze konsultacji z potencjalnymi uczestnikami rynku.

Projekt zakłada, że wskazane minimalne parametry jakościowe będą analizowane w punkcie odbioru towaru, tj. w autoryzowanych magazynach. Zadaniem IBPRS było określenie metod stosowanych do oceny/analizy tych parametrów w laboratoriach autoryzowanych magazynów oraz w laboratoriach odwoławczych jak również sposobu pobierania próbek do badań. Niezbędne jest również wskazanie wyposażenia tych laboratoriów, które jest wymagane do kontroli i zapewnienia jakości towarów. Niezakłócony i sprawny obrót wymaga również ustalenia sposobu pakowania, znakowania i warunków przechowywania partii produktów dostarczanych do magazynów.

Efektem realizacji zadania jest niniejszy raport końcowy, zawierający rekomendacje dla pięciu produktów rolno-spożywczych, wybranych jako priorytetowe w obrocie na *Platformie Żywnościowej,* w wyżej przedstawionym zakresie.

I. ZIARNO PSZENICY

Wstęp

Ziarno pszenicy, jako jeden z najważniejszych towarów polskiego rynku przetworami rolno-spożywczymi, zostało wytypowane przez Instytut Ekonomiki Rolnictwa i Gospodarki Żywnościowej jako produkt pilotażowy dla tworzonej *Platformy Żywnościowej.* Sprawny i efektywny obrót ziarnem pszenicy na platformie sprzedażowej typu SPOT wymaga utworzenia zaplecza magazynowego, umożliwiającego przechowywanie towaru na czas realizacji transakcji, posiadającego laboratorium, w którym możliwe będzie badanie podstawowych wyróżników jakości przyjmowanego ziarna.

Jeśli przedmiotem transakcji handlowych na *Platformie Żywnościowej* mają być wystandaryzowane partie ziarna pszenicy, niezbędne jest określenie minimalnej wielkości partii ziarna pszenicy będącej przedmiotem transakcji oraz wymagań jakościowych, jakie musi spełniać ziarno pszenicy. Aby zagwarantować spełnienie ustalonych wymagań przed przyjęciem danej partii ziarna do wyznaczonego magazynu muszą być pobrane i zbadane reprezentatywne próbki ziarna oraz ustalona masa danej partii ziarna.

Ustalenia wymagają reguły dotyczące, m.in.:

- zasad autoryzacji magazynów zbożowych i określenie wymagań, którym powinny one odpowiadać w zakresie:
  - typu – magazyn płaski, silos metalowy i elewator żelbetowy czy tylko niektóre z nich,
  - pojemności magazynowej i wielkości poszczególnych powierzchni składowania, którymi musi dysponować dany magazyn, z podziałem na magazyny płaskie i magazyny komorowe,
  - oprzyrządowania dotyczącego możliwości kontroli temperatury składowanego ziarna oraz pobierania próbek w celu określenia zgodności z wymaganiami deklarowanego standardu,
  - infrastruktury umożliwiającej obsługę środków transportu w zakresie załadunku i wyładunku ziarna pszenicy – samochody, wagony kolejowe, barki; w zakresie określonej ładowności pojedynczego środka transportu oraz zdolności przeładunkowej, przy określonej liczbie punktów przyjęcia i wydania ziarna z magazynu,
  - możliwość ustalenia masy dostarczanego i wydawanego ziarna pszenicy – posiadanie odpowiednich wag samochodowych czy także kolejowych,

- lokalizacji magazynu w odniesieniu do rejonów produkcji ziarna zbóż albo innych czynników, takich jak np. bliskość terminali portowych,

▪ posiadania laboratorium oceny jakości ziarna pszenicy z wyposażeniem umożliwiającym pobranie próbek ziarna do oceny zgodności z wymaganiami określonymi w standardzie jakościowym oraz wykonanie określonych badań w zakresie oceny jakości ziarna pszenicy; możliwości przerobowe tego laboratorium; kwalifikacje pracowników laboratorium, w tym osób dokonujących próbobrania.

We wstępnych dyskusjach inicjatorów utworzenia *Platformy Żywnościowej* z przedstawicielami zainteresowanych branż, tj. rolników, młynarzy, producentów pasz oraz firm handlujących ziarnem zbóż, stwierdzono iż dla potrzeb *Platformy* powinny być przyjęte:

- trzy standardy jakościowe ziarna pszenicy, nazwane „roboczo": klasa A (pszenica jakościowa), klasa B (pszenica chlebowa) oraz klasa C (pszenica paszowa), w odniesieniu do których należy określić wymagania w zakresie wybranych wyróżników jakościowych, a także metody ich oznaczania, tak aby stanowiły one wystandaryzowany towar o określonej wartości technologicznej i jednocześnie były przygotowane do magazynowania (czyste, suche, schłodzone), spełniając także wymagania w zakresie bezpieczeństwa zdrowotnego czyli wymagania określone w odpowiednich regulacjach prawnych unijnych i krajowych, w tym zwłaszcza w zakresie obecności mikotoksyn,
- minimalna wielkość partii ziarna pszenicy o określonej jakości, która będzie przedmiotem kontraktu, została zaproponowana na poziomie „25 ton" aby umożliwić uczestnictwo w elektronicznej platformie transakcyjnej także rolnikom z niewielkich gospodarstw rolnych. Składane oferty kupna i sprzedaży muszą być wielokrotnością tej partii minimalnej czyli ich masa ma wynosić „n *x* 25 ton",
- lokalizacja magazynów, w których będą deponowane oferowane partie ziarna pszenicy, powinna zapewniać uczestnikom *Platformy*, zarówno kupującym, jak i sprzedającym ziarno, minimalizację kosztów transportu ziarna przy jego dostarczaniu do magazynów autoryzowanych, jak i przy jego odbieraniu. Magazyn autoryzowany powinien dysponować odpowiednio dużą pojemnością składową, tak aby mógł przeznaczać część swojej powierzchni składowej na usługowe składowanie ziarna, które było lub będzie przedmiotem transakcji dokonywanej na forum *Platformy Żywnościowej*.

Dyskutowano także – jednak bez określonego wniosku końcowego – czy każda oferowana do sprzedaży na forum *Platformy* partia ziarna pszenicy ma być po dostarczeniu jej do atestowanego magazynu i potwierdzeniu że spełnia wymagania jakościowe określone w danym standardzie jakościowym:

1) składowana w odrębnej przestrzeni magazynowej,
2) składowana w komorze magazynowej „zbiorczej" wraz z innymi oferowanymi partiami o takim samym standardzie jakościowym.

W przypadku odrębnego składowania każdej partii ziarna kupujący przejmowałby partię ziarna, na którą składał ofertę kupna, zaś w razie braku zainteresowania jej zakupem oferent odbierałby „fizycznie to samo ziarno". Natomiast w przypadku opisanym w pkt. 2) zarówno kupujący, jak i oferent przy braku chętnych do zakupu oferowanej przez niego partii ziarna, będą mieli wydaną z magazynu autoryzowanego partię ziarna będącą „ekwiwalentem" w zakresie ilości i jakości partii ziarna, którą jeden kupił, a drugi dostarczył.

Kwestia ta wymaga rozstrzygnięcia w początkowym etapie prac nad uregulowaniami dotyczącymi funkcjonowania *Platformy*, gdyż od tego zależy m.in. jakiego typu magazyny będą dopuszczone do autoryzacji w systemie *Platformy*, organizacja znakowania partii ziarna, a także procedura pobierania próbek ziarna w celu określenia jakości i procedury związane z ewentualnym arbitrażem w razie zgłaszania reklamacji dotyczących jakości zakupionego ziarna. Konsekwencje „zbiorczego" składowania oferowanych partii ziarna pszenicy będą także wpływały na możliwość identyfikacji pochodzenia surowców i produktów w obowiązującym wszystkie firmy biznesu żywnościowego systemie „podążania śladem surowca i produktu" w przypadku stwierdzenia na kolejnych etapach przetwarzania żywności obecności substancji skażających, zagrażających zdrowiu i życiu konsumentów.

Ustalenie bardzo niskiej wielkości minimalnej partii ziarna, tj. 25 ton, praktycznie wyklucza odrębne składowanie każdej partii ziarna pszenicy oferowanej do sprzedaży na forum *Platformy*. Mogłoby to być realizowane jedynie w magazynach płaskich o bardzo dużej powierzchni. Składowanie ziarna w systemie sąsieków zwiększyłoby ekonomię wykorzystania powierzchni magazynowej magazynów podłogowych.

Można ustalić także zasadę odrębnego składowania oferowanych partii ziarna o dużej wielkości – na przykład większych niż 250 ton (albo 500 ton), tj. „10 *x* 25 ton" („20 *x* 25 ton"), zaś „zbiorcze" składowanie partii ziarna mniejszych niż o wskazanej wielkości.

W świetle powyższego bardzo ważna jest także kwestia opracowania procedur pobierania próbek, która będzie obowiązywała w każdym przypadku ich pobierania w ramach kolejnych działań w systemie *Platformy* – tak przy przyjmowaniu oferowanej partii ziarna do magazynu, jak i przy jej wydawaniu z magazynu kupującemu lub oferentowi w przypadku jej zwrotu z powodu braku zainteresowania kupujących. Opracowanie wyżej wymienionych procedur będzie pomocne w unikaniu powstawania sporów dotyczących oceny jakości danej partii i spełniania wymagań jakościowych określonych w umowie handlowej lub wymaganiami standardów jakościowych. Z doświadczenia jednostek prowadzących nadzór nad przeładunkami i pobieraniem próbek z partii ziarna zbóż i innych towarów masowych w celu oceny zgodności z wymaganiami kontraktu wynika bowiem, że nawet drobne różnice w procedurze pobierania próbek mogą powodować różnice w wynikach oceny cech jakościowych partii ziarna, zwłaszcza tych określanych jako „niehomogeniczne", np. zawartość zanieczyszczeń, a także zawartość substancji niepożądanych, tj. mikotoksyn, metali ciężkich czy pozostałości pestycydów.

Pracownicy IBPRS poszerzyli wiedzę w zakresie metod pobierania próbek ziarna pszenicy, oceny jakości oraz warunków przechowywania i niezbędnego wyposażenia potrzebnego do oceny jakości ziarna w magazynach zbożowych w okresie realizacji niniejszego projektu poprzez udział w 69th JTIC International Milling & Cereal Industries Meeting organizowanej w Paryżu przez AEMIC oraz VI Ogólnopolskiej Konferencji Naukowej „Jakość a Wykorzystanie Ziarna Zbóż" organizowanej przez Instytut Uprawy Nawożenia i Gleboznawstwa - PIB w Puławach. Prezentacje, materiały informacyjne i zdobyta wiedza w czasie wyjazdów studyjnych zostały wykorzystane w niniejszym raporcie tematycznym.

1. Kryteria kwalifikowalności dla ziarna pszenicy

Do obrotu na *Platformie Żywnościowej*, zgodnie rekomendacjami przekazanymi przez Instytut Ekonomiki Rolnictwa i Gospodarki Żywnościowej – Państwowy Instytut Badawczy (IERiGŻ-PIB) [Raport tematyczny 2, IERiGŻ-PIB], kwalifikuje się ziarno pszenicy zwyczajnej spełniające następujące wymogi:

- Ziarno musi posiadać kolor typowy dla pszenicy zwyczajnej.
- Ziarno musi być wolne od nietypowych zapachów i żywych szkodników (w tym roztoczy) niezależnie od ich stadium rozwoju.
- Ziarno musi spełniać minimalne wymagania jakościowe (tabela I.1).

- Zawartość substancji niepożądanych w ziarnie nie może przekraczać najwyższych dopuszczalnych poziomów określonych w przepisach UE, w tym w Rozporządzeniu Komisji (WE) nr 1881/2006 z późn. zm.
- Pozostałości pestycydów nie powinny być wyższe niż poziom wskazany w Rozporządzeniu (WE) nr 396/2005 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 23 lutego 2005 r. w sprawie najwyższych dopuszczalnych poziomów pozostałości pestycydów w żywności i paszy pochodzenia roślinnego i zwierzęcego oraz na ich powierzchni, zmieniające dyrektywę Rady 91/414/EWG. Poziom radioaktywności w ziarnie nie może przekraczać poziomu określonego w Rozporządzeniu Rady (WE) nr 733/2008 z późn. zm.

2. Minimalne wymagania jakościowe

Minimalne wymagania jakościowe dla ziarna pszenicy zwyczajnej zaproponowane przez Instytut Ekonomiki Rolnictwa i Gospodarki Żywnościowej – Państwowy Instytut Badawczy przedstawiono w tabeli I.1.

Tabela I.1. Minimalne wymagania jakościowe dla pszenicy zwyczajnej według klas jakościowych

Wyróżnik jakościowy	Jednostka	Klasa jakościowa		
		C	B	A
A. Maksymalna wilgotność wg PN-EN ISO 712	%	14,5	14,5	14,5
B. Maksymalna zawartość zanieczyszczeń wg PN-EN 15587	%	6,0	6,0	6,0
1. Ziarna połamane	%	5,0	5,0	3,0
2. Zanieczyszczenia ziarnowe	%	5,0	5,0	3,0
a) ziarna poślednie	%	x	x	x
b) ziarna innych zbóż	%	x	x	x
c) ziarna uszkodzone przez szkodniki	%	x	x	x
d) ziarna z przebarwionym zarodkiem	%	x	x	x
e) ziarna uszkodzone termicznie podczas suszenia	%	0,5	0,5	0,5
3. Ziarna porośnięte	%	4,0	4,0	4,0
4. Zanieczyszczenia obce	%	2,0	2,0	2,0
a) obce nasiona	%	0,1	0,1	0,1
b) ziarna niezdrowe	%	x	x	x
c) materiał obcy	%	x	x	x
d) łuski	%	x	x	x
e) sporysz	%	0,05	0,05	0,05
f) ziarna zaśniecone	%	x	x	x
g) zanieczyszczenia pochodzenia zwierzęcego	%	x	x	x
C. Minimalna gęstość ziarna w stanie zsypnym wg PN-EN ISO 7971-3	kg/hl	73,0	76,0	77,0
D. Minimalna zawartość białka (Nx5,7) wg PN-EN ISO 20483	% s.m.	10,5	12,5	14,0
E. Minimalna liczba opadania wg PN-EN ISO 3093	sek.	220	250	270

x – oznacza, że nie określono maksymalnej zawartości niektórych grup zanieczyszczeń, jednak suma zanieczyszczeń ziarnowych i zanieczyszczeń obcych nie może przekroczyć limitów określonych odpowiednio w pkt. 2 i 4 oraz łącznie określonych w lit. B tabeli I.1.

Uwaga: Należy zawsze stosować najnowsze wydanie danej normy na metody badań wymienione w Katalogu Polskich Norm Aktualnych prowadzonym przez Polski Komitet Normalizacyjny.

3. Metody oznaczania jakości

Metody oznaczania jakości ziarna zbóż stosowane w handlu ziarnem są w większości znormalizowane i zostały opisane w normach międzynarodowych ISO wydawanych przez Międzynarodową Organizację Normalizacyjną ISO oraz normach regionalnych EN wydawanych przez Europejski Komitet Normalizacyjny CEN i są stosowane na terenie krajów członkowskich Unii Europejskiej.

Obie wymienione organizacje normalizacyjne CEN i ISO na mocy podpisanej umowy (tzw. „Vienna Agreement"), ściśle ze sobą współpracują i wiele nowych norm opracowywanych jest wspólnie (zapis numeru normy ma wówczas postać EN ISO), a nowelizacja norm już istniejących przebiega w tym samym czasie.

Należy zaznaczyć, iż nie ma ogólnie obowiązującej określonej zależności czy też hierarchii ważności norm wydawanych przez różne organizacje. Dla użytkownika normy istotny jest wybór normy właściwej do stosowania z uwagi na miejsce działania tego użytkownika i cel stosowania danej normy.

Wymagania w zakresie oceny jakości ziarna zostały opisane również w:

- normach krajowych – wydawanych przez jednostki normalizacyjne określonego kraju, np. Polskie Normy (PN) wydawane przez PKN czy też normy niemieckie wydawane przez DIN, normy brytyjskie wydawane przez BSI,
- normach branżowych – wydawanych przez stowarzyszenia reprezentujące określone branże, których członkami mogą być przedstawicielstwa branżowe krajów, organizacje branżowe, firmy działające w danej branży a niekiedy nawet osoby fizyczne aktywnie działające w danej branży. Przykładami takich norm są normy ICC wydawane przez Międzynarodowe Stowarzyszenie Nauki i Technologii Zbóż, którego członkami są reprezentacje krajowe i firmy z szeroko rozumianej branży zbożowej, lub normy AACC wydawane przez Amerykańskie Stowarzyszenie Chemików Zbożowych, którego członkami są osoby fizyczne działające w branży młynarskiej,
- normach wydawanych przez organizacje handlowe lub jednostki i stowarzyszenia naukowe – przykładami mogą być normy GAFTA (Stowarzyszenie Handlu Zbożami i Paszami) lub normy CCFRA (Campden & Chorleywood Food Research Association – Stowarzyszenie Badań Żywności z siedzibą w Campden & Chorleywood w Wielkiej Brytanii).

Należy podkreślić, że przy powoływaniu się na normy można podawać ich numery jako tzw. „powołania datowane" i „powołania niedatowane", czyli np.

w przypadku normy na oznaczanie wilgotności ziarna zbóż i przetworów zbożowych jako PN-EN ISO 712:2012 lub PN-EN ISO 712. Podawanie powołań datowanych jest istotne zwłaszcza w przypadkach, gdy w wyniku nowelizacji w normie określającej metodę oznaczania danego wyróżnika jakościowego, zostały wprowadzone istotne zmiany o charakterze merytorycznym, które mogą wpływać na uzyskiwanie innego wyniku badania. Dlatego też wydaje się wskazane stosowanie powołań datowanych przy wskazywaniu metody wykonywania badania danego wyróżnika jakościowego w kontraktach handlowych kupno-sprzedaż oraz przy podawaniu wyników badania cech jakościowych określonej próbki ziarna. Podanie numeru normy wraz z datą jej publikacji pozwala w największym stopniu zmniejszyć ryzyko powstania ewentualnych nieporozumień.

Podanie numeru normy jako „powołania niedatowanego" oznacza zobowiązanie i wskazanie dla użytkownika danego tekstu konieczności stosowania zawsze najnowszego wydania danej normy.

W niniejszym opracowaniu przedstawiono najczęściej stosowane metody oznaczania wybranych wyróżników jakościowych w ocenie jakości ziarna zbóż.

Wilgotność ziarna pszenicy

Wilgotność ziarna zbóż jest bardzo ważnym wyróżnikiem jakościowym w praktyce przechowywania i przetwarzania ziarna zbóż. Poziom wartości tego wyróżnika jakościowego informuje o przydatności ziarna pszenicy do bezpiecznego przechowywania. Ziarno o wilgotności nie większej niż 14 – 15% może być bezpiecznie składowane w odpowiednich warunkach. W przypadku wyższej wilgotności niezbędne jest prowadzenie zabiegów konserwujących (suszenie termiczne, aktywne wietrzenie), prowadzących do obniżenia wilgotności ziarna lub jego schłodzenia [Kluge i in. 1963; Gąsiorowski 2004].

Znajomość wilgotności śruty całoziarnowej lub mąki jest również niezbędna przy ustalaniu naważki do oznaczania m.in. liczby opadania, cech reologicznych za pomocą farinografu i amylografu, czy przeliczenia wyniku na % s.m. przy oznaczaniu zawartości białka ogółem.

Oznaczanie wilgotności ziarna może być wykonane:

- metodą suszarkową (wagową),
- za pomocą wagosuszarki,
- za pomocą wilgotnościomierzy elektrycznych i elektronicznych różnego typu (głównie pojemnościowe i opornościowe), zgodnie z instrukcjami stosowania poszczególnych urządzeń,

- za pomocą aparatów pomiarowych całoziarnowych wykorzystujących technikę bliskiej podczerwieni NIR zgodnie z instrukcjami stosowania poszczególnych urządzeń.

W Katalogu Polskich Norm wymienione są następujące normy dotyczące oznaczania wilgotności ziarna zbóż, nasion roślin oleistych i strączkowych, tj.:

- **PN-EN ISO 712:2012** Ziarno zbóż i przetwory zbożowe – Oznaczanie wilgotności – Metoda odwoławcza. Norma ma zastosowanie do: pszenicy, ryżu, jęczmienia, prosa, żyta, owsa, pszenżyta, sorga, w postaci ziarna nierozdrobnionego, rozdrobnionego ziarna i mąki.
- **PN-EN ISO 6540:2010** Kukurydza – Oznaczanie wilgotności (rozdrobnionego i całego ziarna).
- **PN-EN ISO 665:2004** Nasiona oleiste – Oznaczanie wilgotności i zawartości substancji lotnych.

W praktyce, w niektórych laboratoriach przemysłu zbożowo-młynarskiego spotykane jest stosowanie norm wycofanych z Katalogu Polskich Norm:

- PN-A-74011:1986 Ziarno zbóż, nasiona roślin strączkowych i przetwory zbożowe – Oznaczanie wilgotności,
- PN-A-74009:1990 Ziarno zbóż, nasiona roślin strączkowych i rzepaku oraz przetwory zbożowe – Oznaczanie wilgotności za pomocą wilgotnościomierzy elektrycznych + zm. A1:1998.

Wilgotność określana jest jako ubytek masy, wyrażony w %, jaki powstaje w produkcie w warunkach określonych w metodyce oznaczania opisanej w poszczególnych normach. Zasada metody polega na suszeniu odpowiednio przygotowanej próbki w ściśle określonych warunkach temperatury i czasu. Szczegółowe warunki wykonania oznaczenia oraz różnice między zapisami poszczególnych norm przedstawiono w tabeli I.2.

Tabela I.2. Wybrane zagadnienie metodyki oznaczania wilgotności ziarna zbóż i nasion roślin oleistych

Produkt	Norma	Temperatura	Czas*	Naważka
Ziarno zbóż podstawowych	PN-EN ISO 712:2012	130 – 133°C	120 ± 5 min	4 – 6 g
Ziarno kukurydzy	PN-EN ISO 6540:2010	130 – 133°C	240 min	ok. 8 g
Nasiona roślin oleistych	PN-EN ISO 665:2004	103°C ± 2°C	do stałej masy	5 ± 0,5 g[A] lub 5 – 10 g[B]

* – czas liczony od momentu kiedy temperatura w suszarce ponownie osiągnie określony poziom,
[A] – rozdrobnione nasiona średniej wielkości inne niż nasiona słonecznika, soi, krokosza,
[B] – całe nasiona rzepaku, lnu, krokosza, słonecznika, soi, bawełny.

Zgodnie z metodyką określoną w normach PN-EN ISO 712 oraz PN-EN ISO 6540 w zależności od poziomu wilgotności ziarna oznaczenie należy przeprowadzić jedno- lub dwuetapowo. Produkty, w których prawdopodobnie zachodzą zmiany wilgotności w czasie rozdrabniania (zazwyczaj są to produkty o wilgotności ziarna poniżej 9 lub powyżej 15%) powinny być przed rozdrabnianiem kondycjonowane zgodnie z metodyką określoną w odpowiedniej normie, aby ich wilgotność doprowadzić do poziomu między 9 a 15%.

W tabeli I.3 przedstawiono wymagania dotyczące rozkładu wielkości cząstek produktów niewymagających rozdrabniania, określone w normach PN-EN ISO 712 oraz PN-EN ISO 6540.

Tabela I.3. Wymagania dotyczące rozkładu wielkości cząstek produktów niewymagających rozdrabniania, określone w normach PN-EN ISO 712 oraz PN-EN ISO 6540

Rozkład wielkości cząstek (mm)	Udział (%)
≤ 1,7 (1,8)[a]	100
> 1,0 (1,0)[b]	≤ 10
< 0,5 (0,56)[a]	≥ 50

[a] – nominalna wielkość oczka sita, przez które cząstka tej wielkości przesiewa się,
[b] – nominalna wielkość oczka sita, przez które cząstka tej wielkości nie przesiewa się.

Norma PN-EN ISO 712:2012 Ziarno zbóż i przetwory zbożowe – Oznaczanie wilgotności – Metoda odwoławcza, zastąpiła normę PN-ISO 712:2002 Zboża i przetwory zbożowe – Oznaczanie wilgotności (Rutynowa metoda odwoławcza). Istotne różnice w zapisie obu norm przedstawiono w tabeli I.4. W niniejszym opracowaniu celowo wskazano różnice w zapisach obu norm, aby podkreślić zasadność stosowania powołań datowanych przy wskazywaniu metody wykonywania badania danego wyróżnika jakościowego w kontraktach handlowych

kupno-sprzedaż oraz przy podawaniu wyników badania cech jakościowych określonej próbki ziarna. Podanie numeru normy wraz z datą jej publikacji pozwala w największym stopniu zmniejszyć ryzyko powstania ewentualnych nieporozumień.

Tabela I.4. Porównanie metodyki oznaczania wilgotności określone w PN-EN ISO 712:2012 i PN-ISO 712:2002

	PN-EN ISO 712:2012 **norma aktualna**	PN-IS0 712:2002 **norma zastąpiona**
Zakres wilgotności próbek ziarna nie wymagających kondycjonowania	od 9 do 15%	od 7 do 17%
Temperatura suszenia	od 130 do 133^{o}C	130 ± 3^{o}C

Precyzja danej metody oznaczania określona jest jako:

- powtarzalność – ocena zgodności wyników uzyskanych w kolejnych analizach tego samego materiału, tą samą metodą, w tym samym laboratorium, przez tego samego wykonawcę, z użyciem tego samego wyposażenia,
- odtwarzalność – ocena zgodności wyników analiz tego samego materiału, tą samą metodą ale w różnych laboratoriach, przez różnych wykonawców z użyciem różnego wyposażenia.

Precyzja metody oznaczania jest określana na podstawie wyników uzyskanych w badaniach międzylaboratoryjnych przeprowadzanych w skali międzynarodowej. Precyzję oznaczania wilgotności ziarna zbóż i przetworów zbożowych przedstawiono w tabeli I.5.

Tabela I.5. Precyzja metody oznaczania wilgotności określona w wybranych normach

Metoda badań	Powtarzalność		Odtwarzalność
PN-EN ISO 712:2012*	≤ 0,12		≤ 0,45
PN-EN ISO 665:2004	≤ 0,2 (rzepak, słonecznik) ≤ 0,4 (soja)		≤ 0,4 (rzepak, słonecznik) ≤ 2,0 (soja)
PN-ISO 6540:2010	Ziarno rozdrobnione ≤ 0,15	Ziarno całe ≤ 0,20	brak danych

* – w odniesieniu do produktów o wilgotności od 10 do 18%.

W przypadku oznaczania wilgotności metodą suszarkową należy zwrócić uwagę na stosowanie aparatury spełniającej określone wymagania:

1. Waga analityczna, z dokładnością ±0,001 g.

2. Rozdrabniacz, charakteryzujący się następującymi właściwościami:
   - wykonany z materiału, który nie absorbuje wilgoci,
   - łatwy do czyszczenia i mający możliwie najmniejszą przestrzeń martwą,
   - umożliwiający przeprowadzenie rozdrabniania szybko i w jednakowy sposób, bez odczuwalnego zagrzewania mlewa (różnica temperatury przed i po rozdrobnieniu równa lub mniejsza 5^{o}C),
   - z ograniczonym dostępem powietrza, w celu zapobieżenia wymianie wilgoci między próbką a otaczającym powietrzem,
   - o takim zakresie regulacji, aby możliwe było uzyskanie wymaganej wielkości cząstek,
3. Naczynko metalowe wyposażone w przykrywkę – wg wymagań podanych w normie PN-EN ISO 665 przed użyciem naczynka powinny być umyte i suszone w temperaturze 103^{o}C przez 1 h a po suszeniu pozostawione otwarte w eksykatorze przez 30 minut. W przypadku oznaczania wilgotności wg PN-EN ISO 712 i PN-EN ISO 6540 takiego zapisu nie ma, natomiast naczynka przed oznaczeniem powinny być suszone w temperaturze 130^{o}C.
4. Suszarka z termoregulacją zapewniającą utrzymanie stałej temperatury. Wg wymagań PN-EN ISO 712 i PN-EN ISO 6540 suszarkę należy sprawdzać w zakresie:
   - pojemności cieplnej – powinna być taka, aby przy początkowo nastawionej temperaturze 131^{o}C, po umieszczeniu maksymalnej liczby próbek analitycznych, które mogą być suszone jednocześnie, możliwe było ponowne uzyskanie początkowej temperatury w czasie krótszym niż 30 min,
   - skuteczności wentylacji – sprawdzana z zastosowaniem – jako materiału testowego – semoliny z pszenicy durum o maksymalnej wielkości cząstek 1 mm. Wentylacja powinna być tak uregulowana, aby po umieszczeniu w suszarce maksymalnej liczby próbek analitycznych, które mogą być suszone jednocześnie, susząc je w temperaturze od 130^{o}C do 133^{o}C wyniki, uzyskane po suszeniu tej samej próbki przez 2 h, a następnie przez kolejną 1 h, nie różniły się więcej niż o 0,15 g wilgoci na 100 g próbki.
5. Termometr kontaktowy, umieszczony na wysokości 2 cm ponad półką, na której ustawione są próbki w suszarce.
6. Eksykator ze skutecznym środkiem osuszającym.

Czas uzyskania wyniku oznaczania metodą referencyjną, tj. wagową (suszarkową) wilgotności ziarna zbóż podstawowych, tj. pszenicy, żyta, jęczmienia, owsa i pszenżyta wynosi około 3 godzin, kukurydzy około 5 godzin, a rzepaku

nawet około 6 godzin. W przypadku ziarna mokrego – o wilgotności powyżej 15% – czas ten wydłuża się jeszcze o okres kondycjonowania próbki ziarna (co najmniej o dodatkowe 3 godziny).

Jest to zbyt długi okres oczekiwania na wynik badania wilgotności ziarna w warunkach przyjmowania ziarna do magazynu, gdy niezbędne jest szybkie uzyskanie informacji o stanie ziarna w celu rozliczenia ze sprzedającym, ale przede wszystkim w celu podjęcia decyzji co do dalszego postępowania z daną partią ziarna, np. poddanie suszeniu, skierowanie do składowania w odpowiedniej komorze magazynowej.

Rzetelny wynik badania wilgotności ziarna można uzyskać znacznie szybciej za pomocą wilgotnościomierzy zbożowych elektrycznych lub elektronicznych. Mogą one mieć różną konstrukcję i zasadę działania. Najczęściej pomiar wilgotności za pomocą wilgotnościomierza zbożowego polega na pomiarze pojemności elektrycznej badanej próbki ziarna o określonej masie, a następnie skorelowaniu tej wartości mierzonej z odpowiednimi wartościami wilgotności oznaczonej metodą referencyjną (suszarkową). Wynik oznaczania wilgotności w postaci odczytu „% wilgotności” uzyskiwany jest po kilkunastu sekundach.

Wraz z postępem i rozwojem technicznym prowadzone są dalsze prace nad doskonaleniem aparatów do pomiaru wilgotności, tak aby do minimum zmniejszyć wpływ na pomiar wilgotności takich czynników jak: zmienność odmianowa czy wynikająca ze zmiennych warunków klimatycznych w poszczególnych sezonach wegetacyjnych. Na różnice w wynikach oznaczania wilgotności mają również wpływ, m.in.: wielkość i kształt ziarna, rozkład wilgotności w pojedynczym ziarnie, w tym różnice pomiędzy warstwą zewnętrzną i wewnętrzną ziarna po suszeniu.

Wilgotnościomierze elektryczne, jako kalibrowane urządzenia pomiarowe, wymagają okresowego sprawdzania. Prawie corocznie większość z nich wymaga rekalibracji przy wykorzystaniu próbek ziarna z nowych zbiorów z uwagi na wspomnianą wcześniej zmienność ziarna zbieranego w kolejnych sezonach wegetacyjnych.

Od 2005 roku wilgotnościomierze elektryczne nie podlegają prawnej kontroli metrologicznej – także procedurze legalizacji, gdyż nie są uwzględnione w Rozporządzeniu Ministra Rozwoju i Finansów z dnia 13 kwietnia 2017 roku w sprawie rodzajów przyrządów pomiarowych podlegających prawnej kontroli metrologicznej oraz zakresu tej kontroli [Dz. U. 2017, poz. 885]. Użytkownicy wilgotnościomierzy w celu potwierdzenia prawidłowości ich pracy przez niezależną jednostkę mogą dobrowolnie wykonać atestację lub wzorcowanie.

Precyzję metody oznaczania wilgotności za pomocą wilgotnościomierzy elektrycznych według wycofanej normy PN-A-74009:1990 określono następująco:

- powtarzalność: „za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników wszystkich pomiarów, które mieszczą się w przedziale dopuszczalnych odchyleń równoległych pomiarów określonych w instrukcji obsługi”,
- odtwarzalność: „w przypadku badania wilgotności tej samej partii ziarna przez dwa laboratoria, dopuszcza się różnicę między wynikami obu pomiarów w laboratoryjnych wilgotnościomierzach elektrycznych nieprzekraczającą 0,6%”.

W normie PN-ISO 7700-1:2014-06 Produkty żywnościowe – Sprawdzanie wzorcowania wilgotnościomierzy użytkowych – Część 1: Wilgotnościomierze do ziarna zbóż, określono metodę wzorcowania wilgotnościomierzy użytkowych stosowanych do pomiaru wilgotności ziarna zbóż. Wskazana norma nie ma zastosowania w przypadku zatwierdzania typu ani początkowej kalibracji wilgotnościomierzy. Natomiast wyniki opisanego w wyżej wymienionej normie sprawdzania są wykorzystywane do podejmowania decyzji, czy urządzenie pracuje prawidłowo, czy też należy przeprowadzić ponowną kalibrację wilgotnościomierza lub skierować urządzenie do naprawy. Dopuszczalne błędy maksymalne między wynikiem oznaczenia wilgotności metodą suszarkową a wilgotnościomierzem powinny być niższe niż wartości podane w tabeli I.6.

Tabela I.6. Dopuszczalne błędy maksymalne między wynikiem oznaczenia wilgotności metodą suszarkową a wilgotnościomierzem określone w normie PN-ISO 7700-1:2014-06

Wilgotność suszarkowa ziarna, W_{H_2O}	Ziarno zbóż inne niż kukurydza, ryż i sorgo	Kukurydza, ryż i sorgo
≤ 10%	0,7	0,8
> 10%	0,03 × W_{H_2O} + 0,4	0,04 × W_{H_2O} + 0,4

Wilgotnościomierze w ramach atestacji sprawdzane są pod względem poprawności wskazań poszczególnych programów dotyczących ziarna poszczególnych rodzajów zbóż. Każdy program sprawdza się porównując wyniki oznaczania wilgotności za pomocą wilgotnościomierza oraz metodą referencyjną czyli metodą wagową (suszarkową) zgodnie z odpowiednimi normami, tj. PN-EN ISO 712:2012 w przypadku ziarna zbóż podstawowych, PN-EN ISO 6540:2010 w przypadku kukurydzy, PN-EN ISO 665:2004 w przypadku rzepaku.

Dopuszczalne maksymalne błędy pomiarowe przy sprawdzaniu (atestacji) i użytkowaniu wilgotnościomierzy w przypadku ziarna zbóż i nasion oleistych określono w Zaleceniach Nr 59 (najnowsze wydanie z 2016 roku) dotyczących ziarna zbóż i nasion roślin oleistych opracowanych przez Międzynarodową Organizację Metrologii Prawnej (OIML) (tabela I.7 i tabela I.8).

Tabela I.7. Dopuszczalne maksymalne błędy pomiarowe w przypadku ziarna zbóż i nasion oleistych, z wyjątkiem kukurydzy, według OIML Nr 59-2016

Rodzaj kontroli i warunki sprawdzania	W przypadku wartości mierzonej nie większej niż 10%		W przypadku wartości mierzonej większej niż 10%	
	Wilgotnościomierze klasy I	Wilgotnościomierze klasy II	Wilgotnościomierze klasy I	Wilgotnościomierze klasy II
Przy atestacji	± 0,5% wilgotności	± 0,6% wilgotności	± (3% wartości mierzonej + 0,2% wilgotności)	± (4% wartości mierzonej + 0,2% wilgotności)
Przy użytkowaniu	± 0,7% wilgotności	± 0,8% wilgotności	± (3% wartości mierzonej + 0,4% wilgotności)	± (4% wartości mierzonej + 0,4% wilgotności)

Tabela I.8. Dopuszczalne maksymalne błędy pomiarowe w przypadku kukurydzy według OIML Nr 59-2016

Rodzaj kontroli i warunki sprawdzania	W przypadku wartości mierzonej nie większej niż 10%		W przypadku wartości mierzonej większej niż 10%	
	Wilgotnościomierze klasy I	Wilgotnościomierze klasy II	Wilgotnościomierze klasy I	Wilgotnościomierze klasy II
Przy atestacji	± 0,6% wilgotności	± 0,7% wilgotności	± (4% wartości mierzonej + 0,2% wilgotności)	± (5% wartości mierzonej + 0,2% wilgotności)
Przy użytkowaniu	± 0,8% wilgotności	± 0,9% wilgotności	± (4% wartości mierzonej + 0,4% wilgotności)	± (5% wartości mierzonej + 0,4% wilgotności)

Użytkownik powinien w okresie zbiorów wykorzystując próbki ziarna o naturalnej wilgotności, tj. bez jego nawilżania lub/i dosuszania sprawdzić poprawność wskazań zainstalowanych programów porównując wyniki oznaczania wilgotności kilku próbek ziarna uzyskane za pomocą wilgotnościomierza z wynikami uzyskanymi metodą referencyjną. Jeżeli wyniki są zgodne może stosować program. Wskazane jest jednak, aby sprawdzenie dokonywane było przez jed-

nostkę zewnętrzną, która dokona ewentualnej korekty kalibracji oraz wyda atest potwierdzający poprawność pracy danego urządzenia. Jednym z elementów atestu powinien być protokół badań, potwierdzający poprawność działania. W okresie obowiązywania atestu użytkownik ma obowiązek obserwować uważnie aparat i wyrywkowo sprawdzać jego wskazania. W przypadku uszkodzenia lub zauważenia nieprawidłowości działania aparat należy wyłączyć z eksploatacji, poddać kontroli, ewentualnej naprawie, rekalibracji i ponownemu sprawdzeniu dokładności wskazań.

Oznaczenie wilgotności jest niezwykle istotne zarówno z technologicznego jak i ekonomicznego punktu widzenia. Dlatego tak ważne jest postępowanie zgodnie z metodyką określoną w odpowiednich normach na oznaczanie wilgotności ziarna zbóż i przetworów zbożowych oraz okresowe sprawdzanie aparatury pomiarowej.

Dla potrzeb planowanej do realizacji *Platformy żywnościowej* rekomendowane jest oznaczenie wilgotności ziarna według następującej metodyki:

- w laboratoriach przy magazynach autoryzowanych – za pomocą wilgotnościomierzy zbożowych lub analizatorów techniki NIR całoziarnowych, wyposażonych w odpowiednie kalibracje, w których wartościami odniesienia są wyniki oznaczania wilgotności uzyskane według metody opisanej w normie PN-EN ISO 712. Niezbędne jest posiadanie atestu urządzenia wydanego po jego sprawdzeniu w upoważnionej jednostce zewnętrznej. Dopuszczalne jest oznaczenie wilgotności metodą referencyjną PN-EN ISO 712,
- w laboratoriach odwoławczych – wyłącznie metodą referencyjną PN-EN ISO 712.

Ocena organoleptyczna

Metody organoleptyczne, służące najczęściej do wstępnej oceny ziarna, oparte są na odebranych przez badającego wrażeniach zmysłowych, dotyczących takich cech jak orientacyjna wilgotność i temperatura, barwa, smak, zapach, ogólny wygląd. Przy pomocy metod organoleptycznych oceniana jest ogólna jakość badanego produktu.

Metodyka oceny cech organoleptycznych ziarna pszenicy zwyczajnej, żyta, pszenżyta, jęczmienia i owsa przeznaczonego do konsumpcji i na pasze została określona w normie PN-R-74013 Ziarno zbóż – Wstępna kontrola jakości i badanie cech organoleptycznych. Metodyka opisana w wyżej wymienionej normie jest powszechnie uwzględniana w kontraktach handlowych na krajo-

wym rynku i stosowana w laboratoriach przy magazynach zbożowych. Dla potrzeb planowanej do realizacji *Platformy żywnościowej* rekomendowane jest oznaczenie cech organoleptycznych ziarna zarówno w laboratoriach przy magazynach autoryzowanych jak i w laboratoriach odwoławczych według PN-R-74013.

W podanej normie opisano zasady wykonywania wstępnej kontroli jakości ziarna zbóż na środkach transportu i w magazynach oraz metody badania cech organoleptycznych ziarna. Wstępną kontrolę jakości partii ziarna należy przeprowadzić dwuetapowo:

- I etap – sprawdzany jest ogólny stan ziarna odpowiednio, na środku transportu w trakcie oceny ziarna przyjmowanego do magazynu lub w komorze magazynowej podczas przeprowadzania kontroli składowanego ziarna,
- II etap – sprawdzana jest jakość ziarna na podstawie badania próbki laboratoryjnej.

W przypadku sprawdzania ogólnego stanu i jednolitości partii ziarna należy zastosować następujące postępowanie, określone w normie PN-R-74013:2012:

- bezpośrednio po usunięciu plandeki zabezpieczającej ładunek samochodu, otwarcia wagonu, ładowni barki albo pomieszczenia magazynu płaskiego należy zwrócić uwagę czy całość partii ziarna nie wydziela zapachu nieswoistego dla rodzaju i gatunku ziarna. W magazynach komorowych zaleca się sprawdzenie, czy z otworów zasypowych nie wydziela się zapach wskazujący na zepsucie składowanego ziarna,
- zalecane jest sprawdzenie, czy na wewnętrznych ścianach środków transportu i magazynów nie ma widocznych żywych szkodników ani śladów ich obecności, np. oprzędów motyli,
- poprzez oględziny ziarna z różnych miejsc partii ziarna, należy sprawdzić czy opady atmosferyczne lub inne niekorzystne warunki transportu i magazynowania nie spowodowały uszkodzenia części partii ziarna oraz czy wygląd ziarna jest jednolity,
- zalecane jest sprawdzenie w różnych miejscach partii ziarna, czy nie występuje samozagrzewanie ziarna. Jeżeli jest to możliwe najlepiej jest zanurzyć rękę w masie ziarna i na podstawie wyczuwanej różnicy między

temperaturą ziarna a temperaturą otoczenia, określić czy samozagrzewanie występuje lub nie występuje,
- wynik oceny sprawdzenia ogólnego stanu partii ziarna należy odnotować jako stwierdzenie obecności cech niepożądanych.

Sprawdzenie jakości ziarna zgodnie z metodyką określoną w normie PN-R-74013:2012 obejmuje charakterystykę takich cech jakościowych masy ziarnowej jak: zapach, wilgotność, czystość, obecność szkodników i zanieczyszczeń pochodzenia zwierzęcego, ocenę barwy.

1. Sprawdzanie zapachu ziarna:
   - badanie na sucho – bezpośrednio po otwarciu opakowania z próbką laboratoryjną, po ogrzaniu w dłoniach wolnych od obcych zapachów,
   - badanie na mokro – po 2-3 minutowym ogrzaniu próbki ziarna całkowicie zanurzonej w szklanej zlewce w wodzie o temp. 60 – 70^{o}C, przykrytej płytką szklaną. Badanie zapachu wykonywane jest bezpośrednio po odlaniu wody,
   - badanie ziarna rozdrobnionego – wykonywane w razie konieczności potwierdzenia wyniku badania zapachu wykonanego na sucho lub na mokro. Sposób postępowania jest następujący:
     - z próbki laboratoryjnej na rozdzielaczu próbek wydzielić próbkę do badań o masie około 100 g,
     - próbkę rozdrobnić za pomocą rozdrabniacza laboratoryjnego, nie powodującego zagrzewania ziarna,
     - rozdrobnioną próbkę umieścić w zlewce szklanej, a następnie zalać wodą o temperaturze 60 – 70^{o}C,
     - zapach oceniać po upływie 1 min,.

Wynik badania zapachu ziarna, zgodnie z zapisami podanymi w normie PN-R-74013:2012, należy podać w następujący sposób:
- zapach swoisty (uważany za właściwy dla badanego ziarna),
- zapach fermentacyjny (wskazujący na procesy fermentacji octowej, alkoholowej lub mlekowej),
- zapach stęchlizny (wskazujący na porażenie ziarna pleśniami),
- zapach magazynowy,
- zapach obcy, należy określić zapach zgodnie z doznanym wrażeniem węchowym, np. „obcy zapach chemiczny”, „obcy zapach przypominający śledzie”, „zapach miodowy”, „zapach korzenny” itp.

Zdrowe zboże ma zapach swoisty dla każdego gatunku. Zapach ten jest przyjemny, z lekka przypominający zapach słomy. Wszystkie inne zapachy świadczą o wadach zboża. Zapach fermentacyjny zboża wskazuje, że odbywa się w nim fermentacja alkoholowa wywołana przez dzikie drożdże w sprzyjających warunkach temperatury i wilgotności. Zboże o zapachu fermentacyjnym, mimo zastosowanych zabiegów mających na celu usunięcie tego zapachu, tj. intensywne przewietrzanie lub suszenie, nie będzie charakteryzować się pełnymi właściwościami wypiekowymi i nie nadaje się do siewu [Kluge i in. 1963; Jakubczyk i Haber 1983].

Zapach stęchlizny oznacza, że na wilgotnym ziarnie przechowywanym w nieodpowiednich warunkach rozpoczął się rozwój pleśni. Mocnego zapachu stęchlizny nie daje się usunąć z partii zboża za pomocą suszenia lub przewietrzania.

Zapach magazynowy jest charakterystyczny dla ziarna przechowywanego w źle wietrzonych magazynach zbożowych, przypomina lekko zapach starego suchego drewna.

Ziarno zbóż łatwo chłonie obce zapachy, dlatego też nie wskazane jest przechowywanie ani przewożenie ziarna w pobliżu materiałów cuchnących, olejów, nafty, nawozów sztucznych, chemikaliów, farb itp. Należy zwrócić uwagę na właściwe czyszczenie środków transportu i magazynów, jeśli były w nich przewożone lub składowane środki chemiczne. Przeważająca część zapachów chemicznych jest bardzo trudna do usunięcia z partii zboża. Takie zboże nie nadaje się do przetwórstwa, zarówno na cele konsumpcyjne jak i paszowe.

Zapach śledziowy jest spowodowany obecnością zarodników śnieci. Wśród dojrzałych ziarn pszenicy w masie ziarnowej znajdują się ziarna zniekształcone kuliste, które zawierają zamiast bielma mącznego czarny cuchnący proszek (zarodniki grzyba *Tilletia spp.*).

Zapach miodowy jest oznaką obecności rozkruszków – szkodników należących do rodziny pajęczaków, ledwie dostrzegalnych gołym okiem. Ekskrementy rozkruszka są trujące a drobne włoski pokrywające członki, drażnią błonę śluzową przewodu pokarmowego.

Zapach czosnku, intensywny i łatwy do wykrycia, wskazuje na obecność w zbożu nasion dzikiego czosnku. Nasiona te o kształcie małych cebulek zielonego koloru zawierają duży procent wody. Są bardzo trudne do usunięcia na maszynach czyszczących z uwagi na wielkość zbliżoną do ziarna zbóż.

Ostry zapach korzenny pochodzi od nasion chwastów toksycznych, jak życica odurzająca i rdest, a także nasion chwastów szkodliwych,, wpływających negatywnie na zapach i smak mąki i przetworów zbożowych, jak np. nasiona gorczycy, rzepiku, łubinu itp.

2. Sprawdzanie wilgotności ziarna według zapisów podanych w normie PN-R-74013:2012 dokonywane jest poprzez ściskanie ziarna wewnątrz dłoni. Jest to oznaczenie orientacyjne na podstawie oporu jaki stawiają ziarna przy ściskaniu wewnątrz dłoni i stopnia wymykania się ziarna między palcami. Sprawdzanie wilgotności ziarna metodą organoleptyczną nie jest tożsame z oznaczeniem wilgotności zgodnie z metodyką określoną w normie PN-EN ISO 712 ani za pomocą wilgotnościomierzy zbożowych i analizatorów NIR całoziarnowych. Wyniki badania nie są wyrażane za pomocą wartości liczbowych, a w następujący sposób:
   - ziarno suche – przy ściskaniu w dłoni, ziarno wymyka się między palcami, a część ziarna pozostała w dłoni przy mocniejszym ściskaniu stawia opór,
   - ziarno wilgotne – przy ściskaniu w dłoni, ziarno nie wymyka się między palcami, a przy mocniejszym ściskaniu wykazuje pewną elastyczność,
   - ziarno mokre – przy lekkim ściskaniu w dłoni ziarno wykazuje elastyczność.

3. Sprawdzanie czystości ziarna według metodyki określonej w normie PN-R-74013:2012
   Z wydzielonej z próbki laboratoryjnej na rozdzielaczu próbki do badań o masie około 150 g rozsypanej cienką warstwą na czystej i suchej powierzchni należy wydzielić zanieczyszczenia szkodliwe dla zdrowia lub uciążliwe w przetwarzaniu na produkty konsumpcyjne lub paszowe albo utrudniające przechowywanie ziarna:
   - przetrwalniki sporyszu,
   - nasiona chwastów toksyczne (np. kąkol) i/lub szkodliwe (np. przytulia czepna)
   - ziarna spleśniałe,
   - ziarna porośnięte,
   - występujące w znacznej ilości ziarna innych zbóż, części kłosów oraz zanieczyszczenia trudno usuwalne.

   Wynik badania należy podać w następujący sposób:

- ziarno czyste – stwierdza się tylko śladową obecność wymienionych grup zanieczyszczeń,
- ziarno średnio czyste – stwierdza się obecność zanieczyszczeń z wielu wymienionych grup przekraczających ilości śladowe,
- ziarno zanieczyszczone – stwierdza się znaczące ilości zanieczyszczeń z wielu wymienionych grup zanieczyszczeń.

4. Sprawdzanie obecności szkodników i zanieczyszczeń pochodzenia zwierzęcego w ziarnie według metodyki określonej w normie PN-R-74013:2012
   Wydzieloną z próbki laboratoryjnej na rozdzielaczu 250 g próbkę do badań należy przesiać przez sito (o oczkach okrągłych Ø 1 mm) nad arkuszem papieru. Następnie przesiew poddać oględzinom, zwracając szczególną uwagę na obecność żywych rozkruszków. Zlot z sita przenieść na ciemną powierzchnię, która umożliwi dokładniejszą obserwację pod kątem obecności żywych szkodników.
   Wynik badania należy podać w następujący sposób:
   - w ziarnie występują żywe szkodniki (należy w miarę możliwości wskazać nazwy wykrytych szkodników),
   - w ziarnie występują zanieczyszczenia pochodzenia zwierzęcego (należy podać ich rodzaj, np. oprzędy motyli, ekskrementy gryzoni),
   - podczas wstępnej kontroli nie wykryto występowania szkodników oraz zanieczyszczeń pochodzenia zwierzęcego.

5. Ocena barwy ziarna według metodyki określonej w normie PN-R-74013:2012
   Wydzieloną z próbki laboratoryjnej na rozdzielaczu próbkę ziarna do badań o masie ok. 50 g należy rozsypać cienką warstwą na czystej, gładkiej powierzchni i przeprowadzić oględziny nieuzbrojonym okiem przy rozproszonym świetle dziennym. Z próbki należy oddzielać ziarna różniące się wyraźnie barwą od barwy większości ziarna oraz ziarna z niejednolitą barwą, zwłaszcza z oznakami wskazującymi na oddziaływanie niekorzystnych czynników atmosferycznych (np. ziarna zadeszczone) lub nieprawidłowe zabiegi technologiczne (np. ziarna z pociemniałym zarodkiem). Następnie wydzielone grupy ziarna należy zważyć i obliczyć ich zawartość według wzoru podanego w normie PN-R-74013:2012:

$$X = \frac{m_n}{m_z} \text{ x } 100\%$$

w którym:

m_n – masa określonej wydzielonej grupy ziarna, w gramach,

m_z – masa próbki do badań w gramach.

Wyniki oceny barwy należy podać w następujący sposób:

- barwa właściwa dla danego gatunku ziarna, gdy udział żadnej z wydzielonych grup ziarna nie jest większy niż 3%, a łączna zawartość wszystkich wydzielonych grup nie jest większa niż 8%,
- barwa niejednolita, należy określić rodzaj niejednolitości.

Obecność w partii ziarna ziarn pociemniałych (na całej powierzchni lub na jej części) wskutek oddziaływania zbyt wysokiej temperatury w czasie suszenia lub rozwoju drobnoustrojów może wskazywać na zagrożenie występowania mikotoksyn lub obniżenie wartości technologicznej. Obecność w partii ziarna pszenicy mączystej – o barwie jasnożółtej lub ciemnożółtej, ziarna pszenicy szklistej o barwie ciemnobrązowej może wskazywać na niejednorodność odmianową partii i zróżnicowanie wartości technologicznej ziarna [PN-R-74013:2012].

Zawartość zanieczyszczeń w ziarnie pszenicy

Według definicji podanej w normie PN-EN ISO 5527:2015-03 Ziarno zbóż – Terminologia, „zanieczyszczenia" to „wszystkie składniki, które są powszechnie uważane za niepożądane w próbce lub partii ziarna zbóż", zaś według najnowszej Polskiej Normy dotyczącej zanieczyszczeń w ziarnie zbóż – PN-EN 15587+A1:2013-12 Ziarno zbóż i przetwory zbożowe – Oznaczanie Besatz w pszenicy zwyczajnej (*Triticum aestivum* L.), pszenicy durum (*Triticum durum* Desf.), życie (*Secale cereale* L.) i jęczmieniu paszowym (*Hordeum vulgare* L.) – „zanieczyszczenia" to „wszystkie składniki partii ziarna inne niż ziarna zboża podstawowego o niezmienionej jakości".

Z powyższych definicji wynika, że „zanieczyszczenia" to składniki masy ziarnowej, które można wydzielić metodami fizycznymi i oznacza to, że pojęcie to nie obejmuje substancji niepożądanych obecnych w masie ziarnowej takich jak: metale ciężkie, mikotoksyny czy pozostałości pestycydów, tj. takie składniki masy ziarnowej, które nie mogą być z niej wyizolowane metodami fizycznymi. Wymagania w powyższym zakresie zostały określone w odrębnych dokumen-

tach, m.in. Rozporządzeniu Komisji (WE) nr 1881/2006 z późn. zm. ustalającym najwyższe dopuszczalne poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych.

Informacje o rodzaju zanieczyszczeń wskazują na przydatność partii ziarna do bezpiecznego przechowywania, na możliwość poprawienia jego jakości poprzez usunięcie grup zanieczyszczeń łatwo usuwalnych oraz na bezpieczeństwo zdrowotne finalnego produktu, tak w przypadku wykorzystywania tego ziarna na cele konsumpcyjne, jak i paszowe. Jest to też informacja o obecności zanieczyszczeń uciążliwych w procesie przetwarzania, które są trudne do usunięcia i mogą niekorzystnie wpłynąć na wygląd czy inne cechy końcowego produktu, chociaż nie będą stanowić zagrożenia dla życia czy zdrowia konsumenta. Uzyskuje się również informację o obecności martwych szkodników zbożowo-mącznych lub ich pozostałości, co może wskazywać, że w magazynie, w którym ziarno było poprzednio przechowywane, zaszły procesy niekorzystne dla jakości i bezpieczeństwa tej partii ziarna.

Wszystkie funkcjonujące na światowym i unijnym rynku zbożowym metody oznaczania zawartości zanieczyszczeń w ziarnie pszenicy to metody wybierania ręcznego poszczególnych grup zanieczyszczeń po wstępnym przesianiu próbki ziarna na wskazanych w metodyce sitach. W każdej metodzie jest nieco inna klasyfikacja zanieczyszczeń (inne grupy), co powoduje, że wyniki oznaczania według różnej klasyfikacji są nieporównywalne. W zależności od podziału zanieczyszczeń na grupy przekazywana jest różna informacja o rodzaju zanieczyszczeń obecnych w danej partii ziarna. Znajomość różnic w klasyfikacjach zanieczyszczeń stosowanych w różnych krajach i przez różne firmy jest szczególnie ważna przy podpisywaniu kontraktów i ustalaniu w nich poziomu wymagań odnośnie dopuszczalnej zawartości zanieczyszczeń ogółem, a także poszczególnych grup zanieczyszczeń.

Normy opisujące metody oznaczania zawartości zanieczyszczeń w ziarnie pszenicy i/lub podające ich klasyfikację, tj. podział zanieczyszczeń na poszczególne grupy, funkcjonujące obecnie na rynku zbożowym w Polsce to m.in.:

- PN-R-74015:1994 Pszenica – Oznaczanie zanieczyszczeń,
- PN-R-74016:1969 Ziarno zbóż – Oznaczanie szkodników, zanieczyszczeń i zaśniecenia, według klasyfikacji określonej w innym dokumencie, tj. BN-88/9131-04 Ziarno zbóż – Pszenica, już od 2002 roku formalnie wycofanej normie branżowej. Należy podkreślić, że na polskim rynku zbożowym jest to nadal bardzo często stosowana klasyfikacja zanieczyszczeń ziarna pszenicy,

- PN-EN 15587+A1:2013-12 Ziarno zbóż i przetwory zbożowe – Oznaczanie Besatz w pszenicy zwyczajnej (*Triticum aestivum* L.), pszenicy durum (*Triticum durum* Desf.), życie (*Secale cereale* L.) i jęczmieniu paszowym (*Hordeum vulgare* L.).

Przykładowe różnice w definicjach poszczególnych grup zanieczyszczeń są następujące:

- zawartość ziaren porośniętych według norm PN-R-74016:1969 i PN-EN 15587+A1:2013-12 oznaczana jest przez określenie procentowej zawartości ziaren z widocznymi oznakami porośnięcia, natomiast według normy PN-R-74015:1994 oznaczana jest pośrednio za pomocą liczby opadania,
- grupa zanieczyszczeń określana jako „ziarna poślednie" to zdrowe ziarna przesiewające się przez sito z oczkami o wymiarach:
  - 1,6 x 25 mm według normy BN-88/9131-04,
  - 1,7 x 20 mm według normy PN-R-74015:1994,
  - 2,0 x 20 mm według normy PN-EN 15587:2009.

Podstawowa różnica w metodach oznaczania zanieczyszczeń to przyjęcie w polskiej klasyfikacji zanieczyszczeń według normy BN-88/9131-04 dwóch podstawowych grup zanieczyszczeń jako „zanieczyszczenia użyteczne" i „zanieczyszczenia nieużyteczne", a wyróżnienie kilku podstawowych grup zanieczyszczeń jako ziarna nieprawidłowej jakości zboża podstawowego oraz kilku grup pozostałych zanieczyszczeń w klasyfikacjach zanieczyszczeń bazujących na metodach opisanych w normach PN-R-74015:1994 i PN-EN 15587+A1:2013-12. Schematy podziału zanieczyszczeń na poszczególne grupy określone w poszczególnych normach przedstawione zostały w tabelach I.9 – I.11.

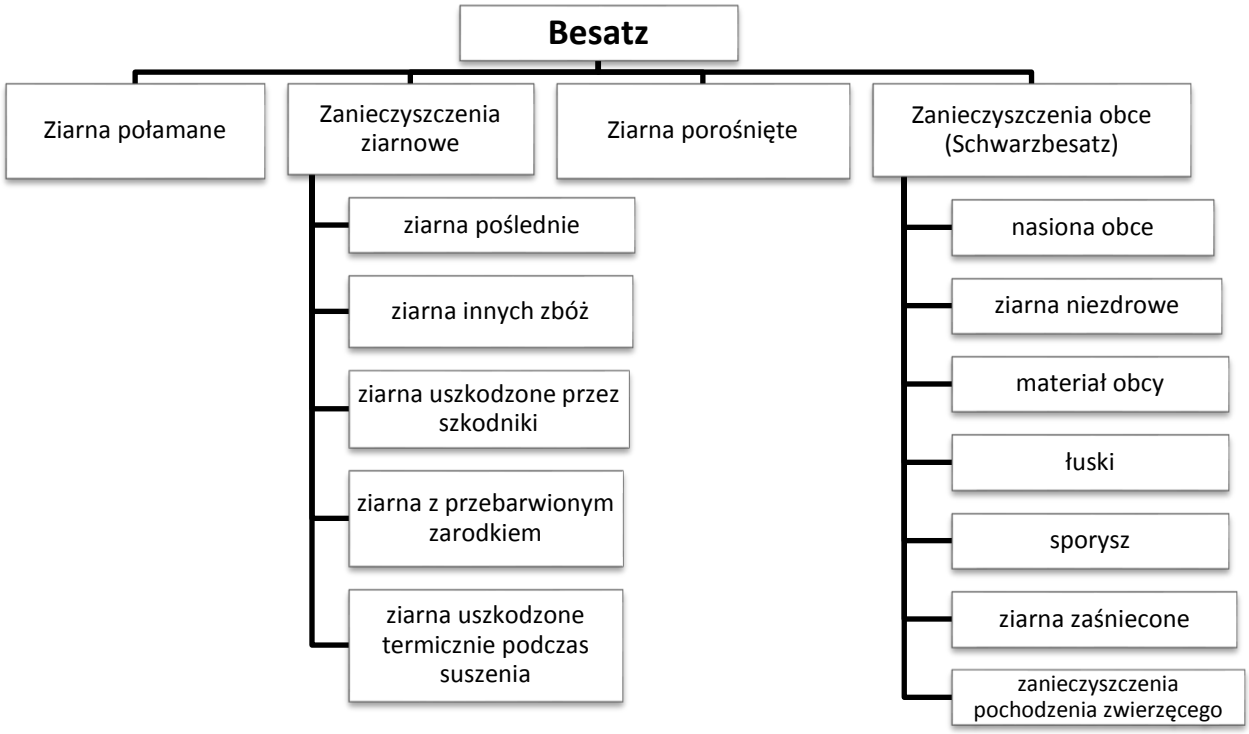
Tabela I.9. Klasyfikacja zanieczyszczeń ziarna pszenicy wg PN-R-74015:1994 Pszenica – Oznaczanie zanieczyszczeń

Uszkodzone ziarna pszenicy:				
Ziarna połamane	Ziarna poślednie	Ziarna niezdrowe	Ziarna uszkodzone przez szkodniki	Ziarna porośnięte oznaczane pośrednio jako liczba opadania
Ziarna innych zbóż				
Materiał obcy, w tym: materiał obcy nieorganiczny				
Nasiona szkodliwe i/lub toksyczne, ziarna porażone śniecią i sporysz, w tym: sporysz				

Tabela I.10. Klasyfikacja zanieczyszczeń ziarna pszenicy wg normy BN-88/9131-04 Ziarno zbóż – Pszenica

ZANIECZYSZCZENIA NIEUŻYTECZNE	ZANIECZYSZCZENIA UŻYTECZNE
Zanieczyszczenia organiczne: słoma, plewy, łuska, części kłosa, nasiona chwastów nieszkodliwych dla zdrowia oraz nasiona roślin oleistych. Pozostałe składniki przesiewające się przez sito o wymiarze oczka Φ = 1,0 mm	Ziarna poślednie, chude, niedorozwinięte, przesiewające się przez sito o wymiarach oczek 1,6x25 mm
	Ziarna porośnięte z oznakami skiełkowania dostrzegalnymi nieuzbrojonym okiem
Ziarna zniszczone pszenicy, jęczmienia, żyta i owsa, takie jak ziarna z oznakami pleśni dostrzegalnymi nie uzbrojonym okiem oraz ziarna zbutwiałe i spalone	Ziarna uszkodzone mechanicznie i przez szkodniki, mające odsłoniętą część bielma mącznego (ziarna połamane, zgniecione, nadgryzione przez szkodniki, ziarna z utrąconym zarodkiem, ziarna z wyraźnie popękaną okrywą)
Zanieczyszczenia szkodliwe dla zdrowia: nasiona chwastów szkodliwych dla zdrowia, sporysz, ekskrementy gryzoni, martwe szkodniki zbożowo-mączne oraz ich pozostałości	Ziarna zielone – niedojrzałe
	Ziarna z zarodkiem uszkodzonym przez mikroflorę, których okrywa zarodka ma zabarwienie od brązowego do brunatnego
Zanieczyszczenia mineralne: piasek, kamienie, szkło i części metali zatrzymujące się na sicie o wymiarze oczka Φ = 1,0 mm	Ziarna innych zbóż kłosowych jak jęczmienia, żyta, pszenżyta oraz owsa, całe i uszkodzone mechanicznie
	Nasiona roślin uprawnych niekłosowych nieszkodliwe dla zdrowia, z wyjątkiem nasion roślin oleistych

Tabela I.11. Klasyfikacja zanieczyszczeń ziarna pszenicy wg normy PN-EN 15587+A1:2013-12



Definicje poszczególnych grup zanieczyszczeń, procedura oznaczania, wyrażanie wyników oraz precyzja metody podane zostały w normie PN-EN 15587+A1:2013-12.

Poszczególne grupy zanieczyszczeń są niepożądane w masie ziarnowej ze względu na obniżenie wartości technologicznej ziarna, jak również jakości zdrowotnej. Ziarna połamane, które mogą powstawać zarówno w trakcie zbioru, transportu, jak i przechowywania, w większym stopniu narażone są na atak pleśni i innych drobnoustrojów oraz przez większą liczbę gatunków owadów i roztoczy niż ziarna całkowicie zdrowe. Ziarna połamane są niepożądane, ponieważ są bardziej podatne na zmiany enzymatyczne i chemiczne.

Na podstawie wyników badań międzylaboratoryjnych opracowano równania w celu wyznaczenia precyzji oznaczenia czterech głównych kategorii zanieczyszczeń określonych w normie PN-EN 15587+A1:2013-12: ziarn połamanych, ziarn porośniętych, zanieczyszczeń ziarnowych i zanieczyszczeń obcych (tabela I.12).

Tabela I.12. Precyzja metody oznaczania wybranych grup zanieczyszczeń określona w PN-EN 15587+A1:2013-12

Kategoria zanieczyszczeń	Powtarzalność	Odtwarzalność
Ziarna połamane	$r = 2,8x[(0,07xB_{\text{ziarna połamane}})+0,15]$	$R = 2,8x[(0,04xB_{\text{ziarna połamane}})+0,35]$
Ziarna porośnięte	$r = 2,8x[(0,11xB_{\text{ziarna porośnięte}})+0,10]$	$R = 2,8x[(0,10xB_{\text{ziarna porośnięte}})+0,21]$
Zanieczyszczenia ziarnowe	$r = 2,8x[(0,03xB_{\text{zaniecz. ziarnowe}})+0,33]$	$R = 2,8x[(0,79xB_{\text{zaniecz. ziarnowe}})+0,89]$
Zanieczyszczenia obce	$r = 2,8x[(0,06xB_{\text{zaniecz. obce}})+0,12]$	$R = 2,8x[(0,16xB_{\text{zaniecz. obce}})+0,12]$

W protokole badania powinny zostać podane następujące informacje:

- wszystkie informacje niezbędne do pełnej identyfikacji próbki,
- zastosowana metoda pobierania próbek, jeśli jest znana,
- stosowana metoda badania,
- wszystkie dane szczegółowe nieokreślone w normie lub uważane za dowolne, jak również inne szczegóły mogące mieć wpływ na wynik badania,
- uzyskane wyniki badania lub uzyskany końcowy wynik, jeśli powtarzalność została sprawdzona.

Uzyskane wyniki oznaczania zanieczyszczeń mogą zostać przedstawione w ujednoliconej formie, której wzór przedstawiono w tabeli I.13.

Tabela I.13. Przykładowy schemat zapisu wyników oznaczania zanieczyszczeń

Grupy zanieczyszczeń	Masa	Ułamek masowy
1. Ziarna połamane		%
2. Zanieczyszczenia ziarnowe		%
- ziarna poślednie		%
- ziarna innych zbóż		%
- ziarna uszkodzone przez szkodniki		%
- ziarno z przebarwionym zarodkiem		%
- ziarna nakrapiane		%
- ziarna uszkodzone termicznie podczas suszenia		%
3. ziarna porośnięte		%

Tabela I.13. c.d.

Grupy zanieczyszczeń	Masa	Ułamek masowy
4. zanieczyszczenia obce:		%
- nasiona obce (szkodliwe; nieszkodliwe)		%
- ziarna niezdrowe		%
- materiał obcy		%
- łuski		%
- sporysz		%
- ziarna zaśniecone		%
- zanieczyszczenia pochodzenia zwierzęcego		sztuki/kg
5. razem Besatz		%

Oznaczenie zanieczyszczeń w masie ziarnowej cechuje się znaczną subiektywnością i wymaga dużego doświadczenia osoby wykonującej to badanie. Uzyskać to można poprzez prawidłowe szkolenie oraz praktykę w wykonywaniu tego oznaczenia w warunkach praktyki przemysłowej.

Dla potrzeb planowanej do realizacji *Platformy żywnościowej* rekomendowane jest oznaczenie zanieczyszczeń ziarna zarówno w laboratoriach przy magazynach autoryzowanych, jak i w laboratoriach odwoławczych wyłącznie według metodyki określonej w normie PN-EN 15587, która jest powszechnie stosowaną metodą w kontraktach na rynku międzynarodowym oraz w przypadku dużych kontraktów na rynku krajowym.

Gęstość ziarna w stanie zsypnym

Gęstość ziarna w stanie zsypnym (tzw. ciężar objętościowy zboża) jest to ciężar pewnej ilości ziarna wypełniającego naczynie o określonej objętości. Parametr ten charakteryzuje dorodność i wykształcenie ziarna, a tym samym pośrednio przydatność tego ziarna na cele przemiałowe. Ziarno pszenicy o dobrej jakości powinno charakteryzować się gęstością w stanie zsypnym na poziomie co najmniej 72 kg/hl, a najlepiej – ponad 76 kg/hl. Wskazuje to, że można w efekcie jego przemiału uzyskać wysoki wyciąg mąki (Jakubczyk 1971; Jurga 1994a).

W Polsce i w większości krajów na świecie jako miarę gęstości ziarna w stanie zsypnym przyjęto wyrażoną w kilogramach masę jednego hektolitra

zboża. Jednostką miary jest 1 kg/hl. Do pomiaru używa się zalegalizowanych gęstościomierzy o objętości ¼ litra oraz 1 l.

Metody oznaczania gęstości ziarna w stanie zsypnym zostały opisane w następujących normach:

- PN-R-74007:1973 Ziarno zbóż – Oznaczanie gęstości. Oznaczenie wykonywane jest przy użyciu pojemnika pomiarowego ¼ l (obecnie norma już wycofana)
- PN-EN ISO 7971-3:2010 Ziarno zbóż – Oznaczanie gęstości w stanie zsypnym, zwanej masą hektolitra – Cz. 3: Metoda rutynowa, która zastąpiła normę PN-ISO 7971-2:1998 Ziarno zbóż – Oznaczanie gęstości w stanie zsypnym, zwanej „masą hektolitra" – Metoda rutynowa.

Za pomocą metodyki opisanej w normie PN-EN ISO 7971-3:2010 oznaczenie jest wykonywane przy użyciu pojemnika pomiarowego 1 l, ¼ l lub automatycznego przyrządu pomiarowego. Zgodnie z zapisami wyżej wymienionej normy, wszystkie przyrządy pomiarowe powinny być sprawdzane zgodnie z normą PN-EN ISO 7971-2 i powinny spełniać określone w niej wymagania. W normie PN-EN ISO 7971-3:2010 zamieszczono opis budowy i wymiarów poszczególnych części gęstościomierza zbożowego o pojemności 1 l – tzw. przyrządu KERN, który jest przykładem odpowiedniego gęstościomierza dostępnego w handlu.

Pomiar gęstości ziarna w stanie zsypnym należy wykonywać dla ziarna, z którego usunięto duże zanieczyszczenia (tj. słoma, kamienie, łuski itp.), przy uwzględnieniu takich warunków otoczenia, które gwarantują, że nie występują różnice pomiędzy temperaturą ziarna i temperaturą pomieszczenia, w którym przeprowadzane jest badanie.

Pomiar gęstości w stanie zsypnym należy wykonać w dwóch powtórzeniach.

Przy pomiarze gęstości w stanie zsypnym za pomocą gęstościomierza o pojemniku 1 l lub ¼ l należy upewnić się, że sprzęt pomiarowy umieszczony jest na płaskim, równym podłożu (wskazane sprawdzenie poziomnicą, że podstawa jest pozioma). Oznaczenie gęstości ziarna w stanie zsypnym za pomocą urządzenia pomiarowego z pojemnikiem 1 l zgodnie z metodyką określoną w normie PN-EN ISO 7971-3:2010 należy przeprowadzić w następujący sposób. Naczynie do nasypywania ziarna należy napełnić próbką ziarna aż do kreski wskaźnika poziomu. Następnie przesypać ziarno z wysokości od 30 do 40 mm od górnej krawędzi napełniacza w taki sposób, aby próbka ziarna zsypywała się

równomiernie na środek napełniacza w czasie od 11 do 13 s. Po napełnieniu szybkim ruchem należy wyciągnąć nóż odcinający, unikając wstrząsania przyrządem. Gdy krążek i ziarno opadną na dno pojemnika pomiarowego, nóż odcinający należy umieścić ponownie w szczelinie i pchnąć go jednym ruchem przez ziarno. Jeżeli w trakcie odcinania części ziarna zostaną zablokowane między krawędzią szczeliny a nożem odcinającym, to nasypywanie należy powtórzyć. Następnie odrzucić nadmiar ziarna pozostający na nożu, usunąć napełniacz i nóż. Podczas napełnienia pojemnika ziarnem, należy zwrócić szczególna uwagę, aby uniknąć jakiegokolwiek poruszenia naczyniem, uderzeń i wstrząsów, ponieważ uzyskany wynik może być obarczony dużym błędem. Jeżeli przyrząd zostanie potrącony, należy unieważnić badanie i rozpocząć je ponownie. Po przeprowadzeniu oznaczenia, zawartość pojemnika należy zważyć z dokładnością do 1g dla pojemnika 1 l lub z dokładnością do 0,1 g dla przyrządu pomiarowego z pojemnikiem o mniejszej objętości. Aby obliczyć gęstość w stanie zsypnym, ρ, wyrażoną w kilogramach na hektolitr, wyznaczoną za pomocą urządzenia pomiarowego 1 l, stosuje się następujące równanie:

dla pszenicy: $\rho = 0{,}1002m + 0{,}53$,

gdzie m jest masą ziarna zboża, w gramach.

W przypadku metody opisanej w normie PN-EN ISO 7971-3:2010 (pojemnik 1 l lub ¼ l) precyzja metody (w odniesieniu do produktów o gęstości w zakresie 67,5 – 84,5 kg/hl) została określona następująco:

- powtarzalność: r = 0,4 kg/hl,
- odtwarzalność: R = 1,2 kg/hl,
- porównanie dwóch grup pomiarów w jednym laboratorium: $CD_r = 0{,}23$,
- porównanie dwóch grup pomiarów w dwóch laboratoriach: $CD_R = 1{,}18$.

Na duży ciężar objętościowy zboża wpływają następujące jego cechy:

- dorodność ziarna, tzn. korzystny stosunek ilościowy bielma do łupiny ziarnowej,
- zbita struktura bielma ziarna (szkliste bielmo),
- gładka powierzchnia ziarna,
- kształt ziarna zbliżony do kuli,
- niska wilgotność ziarna,
- mieszanina ziarna różnych wielkości,
- obecność ziaren połamanych (połówek),
- obecność w zbożu małych i kulistych nasion chwastów,

- obecność w zbożu zanieczyszczeń o dużym ciężarze właściwym.

Na mały ciężar objętościowy zboża wpływają:

- źle rozwinięte, niedorodne ziarno, w którym stosunek ilościowy bielma do łupiny ziarnowej jest niekorzystny,
- mączysta struktura bielma ziarna,
- pomarszczona powierzchnia ziarna,
- wydłużony kształt ziarna,
- wysoka wilgotność ziarna,
- obecność ziaren porośniętych,
- obecność w zbożu dużych, nieforemnych i lekkich nasion chwastów,
- obecność w zbożu słomy, plewy, zdartej łupiny i innych lekkich organicznych zanieczyszczeń,
- obecność w zbożu sporyszu i torebek śnieci,
- obecność ziaren wydrążonych i uszkodzonych przez szkodniki.

Wynik oznaczenia gęstości ziarna w stanie zsypnym powinien być podawany w odniesieniu do ziarna o określonym poziomie wilgotności, gdyż jak wiadomo ziarno po nawilżeniu zwiększa swą objętość, a jego powierzchnia nabiera odmiennych właściwości niż ziarna suchego, co oznacza różnice w sposobie wypełniania pojemnika o określonym kształcie i pojemności przez ziarno suche i ziarno mokre.

Zjawisko to ma duże znaczenie przy oznaczaniu gęstości ziarna w stanie zsypnym w latach tzw. mokrych żniw, gdy „ziarno prosto z pola” jest kupowane przez firmy handlowe lub zakłady przetwórcze. Po odpowiednich zabiegach konserwujących ziarno (suszenie termiczne, wietrzenie ziarna itp.), których celem jest zapewnienie trwałości przechowalnianej poprzez obniżenie wilgotności ziarna, zmienią się w przypadku danej partii ziarna wartości wyróżnika „gęstość ziarna w stanie zsypnym”, co może oznaczać nieporozumienia w handlu i niespełnienie wymagań kontraktowych.

Zmiany wilgotności ziarna pszenicy w odmienny sposób wpływają na wymiary i objętość ziarna w zależności od jego kształtu oraz struktury bielma mącznego (szkliste czy mączyste). Ziarno pszenicy poszczególnych odmian może mieć kształt wydłużony lub pękaty, a stopień wypełnienia bielma substancjami zapasowymi oraz grubość okrywy owocowo-nasiennej i jej nasycenie substancjami mineralnymi wpływa na szybkość wchłaniania wody i stopień pęcznienia

ziarna. Potwierdzają to wyniki uzyskane w pracy realizowanej w Zakładzie Przetwórstwa Zbóż i Piekarstwa Instytutu Biotechnologii Przemysłu Rolno-Spożywczego (ZPZiP IBPRS) w 2004 r. – wraz ze wzrostem wilgotności ziarna pszenicy o 2 punkty procentowe gęstość ziarna w stanie zsypnym zmniejszała się od 1,26 do 2,62 kg/hl. Niektóre dane literaturowe podają, że zmniejszenie gęstości w takim przypadku wynosi tylko około 1 kg/hl.

Wyniki badań przeprowadzonych w ZPZiP IBPRS w roku 2004 wskazują na brak istotnej różnicy w pomiarach gęstości ziarna w stanie zsypnym wykonywanych za pomocą gęstościomierzy zbożowych z pojemnikami pomiarowymi 0,25 litra i 1 litr. Różnica ta wyniosła średnio jedynie 0,11 kg/hl przy pomiarach wykonanych dla blisko 130 próbek ziarna pszenicy o zróżnicowanej jakości, zwłaszcza w zakresie szklistości i zawartości białka. Próbki ziarna reprezentowały zarówno odmiany pszenicy jarej, jak i ozimej, i pochodziły z różnych rejonów klimatyczno-uprawowych Polski.

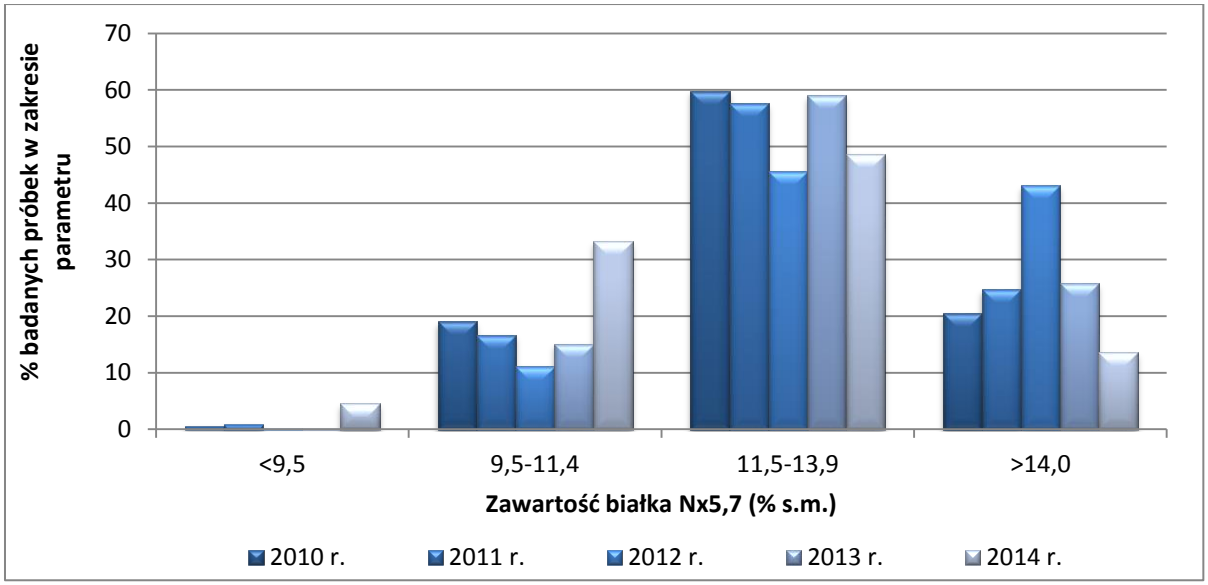
Dla potrzeb planowanej do realizacji *Platformy żywnościowej* rekomendowane jest oznaczenie gęstości ziarna w stanie zsypnym, zarówno w laboratoriach przy magazynach autoryzowanych jak i w laboratoriach odwoławczych, według metodyki określonej w normie PN-EN ISO 7971-3 przy wykorzystaniu pojemnika pomiarowego 1 L.

Zawartość białka i wskaźnik sedymentacyjny Zeleny'ego

Białka są ważnym składnikiem ziarna pszenicy i mąki pszennej. Zlokalizowane są w całym ziarnie, ale najwięcej ich znajduje się w warstwie aleuronowej, okrywie owocowo-nasiennej oraz w zarodku [Gąsiorowski 2004]. Zgodnie z wprowadzoną przez Osborne'a klasyfikacją opartą na rozpuszczalności, białka pszenicy dzielone są na: albuminy – rozpuszczalne w wodzie, globuliny – rozpuszczalne w rozcieńczonych roztworach soli obojętnych, prolaminy – rozpuszczalne w mieszaninie alkoholi i wody oraz gluteniny – rozpuszczalne w rozcieńczonych kwasach lub zasadach [Gianibelli i in. 2001]. Dwie frakcje białka pszennego: gluteliny i prolaminy łączą się w obecności wody z innymi składnikami, tworząc wielkocząsteczkowy kompleks, zwany glutenem, który charakteryzuje się lepkosprężystymi właściwościami.

Zawartość białka w ziarnie pszenicy zbieranym w ostatnich latach w Polsce kształtowała się w zakresie od 8,6 do 19% s.m. [Rothkaehl 2015a]. Najczęściej ziarno pszenicy jarej charakteryzuje się większą zawartością białka niż ziarno pszenicy ozimej. Wieloletnie badania dotyczące wstępnej oceny wartości

technologicznej ziarna realizowane w Zakładzie Przetwórstwa Zbóż i Piekarstwa Instytutu Biotechnologii Przemysłu Rolno-Spożywczego im. prof. Wacława Dąbrowskiego wykazały znaczne zróżnicowanie tego wskaźnika w kolejnych latach zbiorów (rysunek I.1) oraz w poszczególnych rejonach klimatyczno-uprawowych wskazanych przez Centralny Ośrodek Badań Odmian Roślin Uprawnych (COBORU).



Rysunek I.1. Procentowy udział wszystkich badanych próbek ziarna wykazujących zawartość białka w określonym zakresie wartości (zbiory 2010 – 2014) wg badań ZPZiP IBPRS

Ziarno pszenicy o większej zawartości białka charakteryzuje się również większą ilością glutenu i wyższym wskaźnikiem sedymentacyjnym Zeleny'ego [Finney i Brains 1999]. Zależności te są uzależnione od formy pszenicy (jarej lub ozimej), odmiany, rejonu klimatyczno-uprawowego oraz zmiennych warunków pogodowych w kolejnych sezonach wegetacyjnych. Nie ma więc możliwości wyznaczenia jednego wzoru przeliczeniowego, który uwzględniając zawartość białka pozwalałby na obliczenie ilości glutenu czy wskaźnika sedymentacyjnego Zeleny'ego [Rothkaehl 2015b].

Wykorzystując możliwość obliczania ilości glutenu na podstawie wyniku oznaczania zawartości białka w ziarnie pszenicy należy pamiętać o konieczności corocznego sprawdzenia i ewentualnego skorygowania wzoru przeliczeniowego (równania regresji) z uwagi na obserwowane w kolejnych sezonach zróżnicowanie wzajemnych relacji wartości tych wyróżników jakościowych przedstawionych w tabeli I.14 [Rothkaehl 2015b].

Przedstawione w tabeli I.14 równania regresji obliczone przez Rothkaehl [2015b] na bazie wyników oceny próbek ziarna pszenicy zebranych w kolejnych

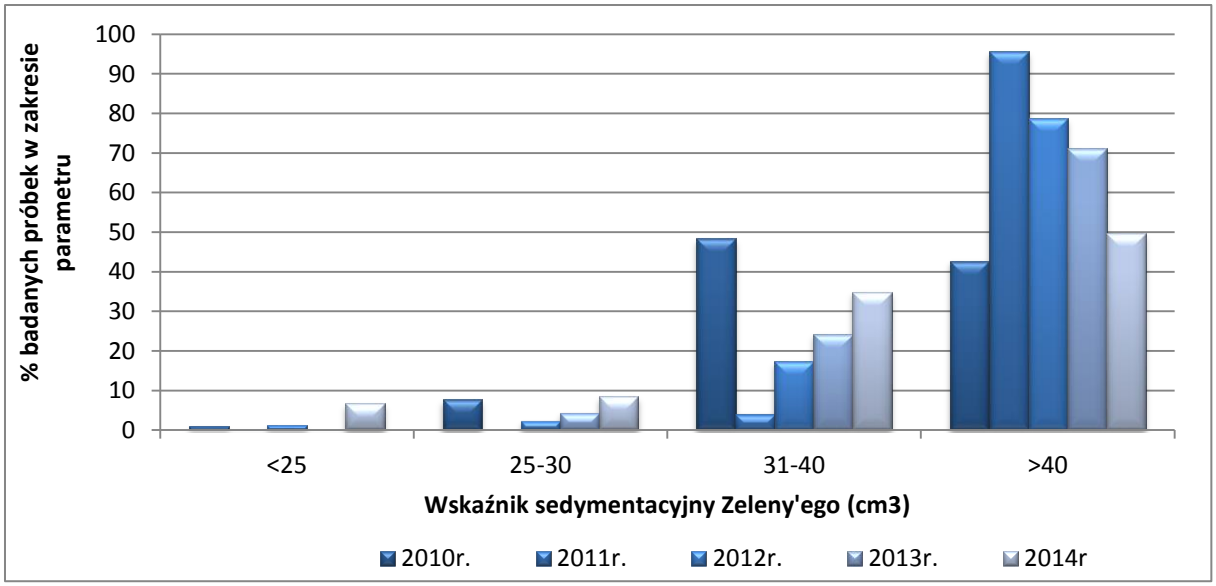
latach, nie różniły się znacznie ale obliczone na bazie równań z lat 2009 – 2014 ilości glutenu przy uwzględnieniu przykładowej zawartości białka równej 13,4% s.m. wskazywały zmienność (2,3 punktu procentowego) większą niż powtarzalność metody oznaczania ilości glutenu (1,1 punktu procentowego) określonej w normie PN-EN ISO 21415-2:2015-12. Stosunek ilości glutenu do zawartości białka również był zróżnicowany od 2,00 do 2,23 w zależności od roku zbioru ziarna pszenicy. Dlatego też ziarno pszenicy przy takiej samej zawartości białka może charakteryzować się różną ilością glutenu w zależności od roku zbioru ziarna.

Tabela I.14. Zależności między ilością glutenu a zawartością białka w kolejnych latach zbioru ziarna pszenicy

Rok zbioru ziarna	Ilość glutenu mokrego (%)	Zawartość białka (Nx5,7) (% s.m.)	Równanie regresji x – zawartość białka y – ilość glutenu	Ilość glutenu / zawartość białka
2009	28,6	13,3	y = 2,81 x – 8,6	2,15
2010	25,8	12,7	y = 2,75 x – 9,2	2,03
2011	27,2	12,9	y = 2,76 x – 8,4	2,11
2012	30,3	13,6	y = 2,74 x – 6,9	2,23
2013	26,3	13,0	y = 2,76 x – 9,5	2,02
2014	24,2	12,1	y = 2,76 x – 9,1	2,00

źródło: Rothkaehl [2015b].

Wskaźnik sedymentacyjny Zeleny'ego określa objętość osadu napęczniałych cząstek mąki w roztworze kwasu mlekowego i propan-2-olu i wyrażany jest w cm^3. Wskaźnik ten jest miernikiem jakości oraz ilości substancji białkowych – strukturotwórczych pieczywa. Na wartość tego wskaźnika wpływa zawartość białek glutenowych, w szczególności wysokocząsteczkowej gluteniny, która ma właściwości pęcznienia i warunkuje dobrą wartość wypiekową. Wskaźnik sedymentacyjny Zeleny'ego przyjmuje wartości od 7 – charakterystyczny dla pszenic paszowych o niskiej jakości glutenu, do 75 – dla pszenic mocnych o bardzo dobrym glutenie [Jurga 1994a,b]. Wskaźnik sedymentacyjny Zeleny'ego jest na ogół wyższy dla odmian pszenicy jarej. Wartość omawianego parametru, podobnie jak zawartość białka, jest zróżnicowana w zależności od roku zbioru ziarna (rysunek I.2), odmiany pszenicy oraz rejonu klimatyczno-uprawowego [Rothkaehl 2015a].



Rysunek I.2. Procentowy udział wszystkich badanych próbek ziarna wykazujących wskaźnik sedymentacyjny Zeleny'ego w określonym zakresie wartości (zbiory 2010 – 2014) wg badań ZPZiP IBPRS

Wskaźnik sedymentacyjny Zeleny'ego określa właściwości białek glutenowych pod względem ilościowo-jakościowym. Ziarno o wysokiej zawartości białek glutenowych dobrej jakości odznacza się wysoką objętością osadu sedymentacyjnego zawiesiny mącznej [Hrušková i in. 2006; Gregorczyk i in. 2008]. Bardzo dobre właściwości wypiekowe wykazują mąki o wartości tego wskaźnika powyżej 40 cm^3, dobre 30 – 40 cm^3, zadowalające 20 – 29 cm^3, a niedostateczne poniżej 20 cm^3 [Słowik 2006]. Mąka pszenna o wskaźniku sedymentacyjnym Zeleny'ego poniżej 25 cm^3 nie nadaje się do produkcji pieczywa [Jurga 2003].

Wymagania dotyczące minimalnej zawartości białka i wskaźnika sedymentacyjnego Zeleny'ego uwzględniono w wymaganiach UE dotyczących skupu interwencyjnego (Rozporządzenie Komisji UE Nr 742/2010 z dnia 17 sierpnia 2010 r.), odpowiednio: nie mniej niż 10,5% s.m. i nie mniej niż 22 cm^3. W przypadku, gdy wskaźnik sedymentacyjny Zeleny'ego wynosi między 22 a 30, istnieje konieczność wykonania testu na kleistość ciasta. Ziarno zostaje zaakceptowane do zakupu, jeśli otrzymane z niego ciasto ocenione zostanie jako niekleiste i przydatne do obróbki mechanicznej.

Oznaczenie zawartości białka wykonuje się zgodnie z metodyką określoną w normie PN-EN ISO 20483:2014-02 Ziarno zbóż i nasiona roślin strączkowych – Oznaczanie zawartości azotu i przeliczanie na zawartość białka – Metoda Kjeldahla. Norma ma zastosowanie do ziarna zbóż, nasion roślin strączkowych i produktów pochodnych. Zasada metody polega na mineralizowaniu próbki

analitycznej kwasem siarkowym w obecności katalizatora w temperaturze 420±10^{o}C przez min 2 h od momentu osiągnięcia żądanej temperatury. Produkty reakcji są alkalizowane, po czym destylowane. Uwolniony amoniak jest wiązany w roztworze kwasu ortoborowego, który jest miareczkowany roztworem kwasu siarkowego w celu oznaczenia zawartości azotu i przeliczenia na zawartość białka. Punkt końcowy miareczkowania jest wyznaczany dzięki wizualnej ocenie barwy albo zastosowaniu pomiaru optycznego lub za pomocą analizy potencjometrycznej z systemem pomiaru pH.

Zawartość białka definiowana jest jako ilość białka uzyskana z przeliczenia zawartości azotu oznaczonej z zastosowaniem określonej metody, obliczona przez pomnożenie tej zawartości przez odpowiedni współczynnik, zależny od rodzaju zboża lub rośliny strączkowej oraz od sposobu ich wykorzystania. W „załączniku informacyjnym C" wskazanej normy podano współczynniki przeliczeniowe zawartości azotu na zawartość białka, które wynoszą:

- 5,7 w odniesieniu do pszenicy zwyczajnej, pszenicy durum i żyta,
- 6,25 w odniesieniu do pszenicy paszowej, jęczmienia, pszenżyta, kukurydzy i nasion roślin strączkowych,
- 5,7 lub 6,25 w odniesieniu do owsa oraz przetworów zbożowych z pszenicy.

Próbka do badań powinna spełniać wymagania dotyczące granulacji, tj. całkowicie przesiewać się przez sito o wielkości nominalnej oczka 0,8 mm. W przypadku ziarna, należy rozdrobnić co najmniej 200 g porcję. W celu wyrażenia wyników zawartości białka w % s.m. należy wykonać oznaczenie wilgotności próbki metodą referencyjną.

Wynik zawartości białka należy podać z dokładnością do 0,1% s.m. Przy wyniku zawartości białka należy zawsze podawać współczynnik przeliczeniowy oraz informację w jakich jednostkach został wyrażony:

- w % suchej masy,
- w %,
- w przeliczeniu, np. na 12% wilgotności badanej próbki, jak jest to stosowane w kontraktach handlowych dotyczących obrotu ziarnem pszenicy w USA.

Prawidłowo przedstawiany wynik oznaczania zawartości białka powinien zawierać przykładowe informacje: zawartość białka (Nx5,7) (% s.m.) wg PN-EN ISO 20483:2014-02. Jest to czytelna informacja odnośnie poziomu zawartości białka. Stosowanie innych współczynników przeliczeniowych oraz wyrażanie wyników w % lub % s.m. bez podania wyżej wymienionych informacji często powoduje sytuacje konfliktowe wśród uczestników rynku zbożowego. Różnice

w obliczonych wartościach zawartości białka oznaczonego dla jednej próbki ziarna pszenicy o wilgotności 14%, przy uwzględnieniu różnych czynników, zostały przedstawione w tabeli I.15. Precyzję metody oznaczania zawartości białka przedstawiono w tabeli I.16.

Tabela I.15. Różnice w obliczonych wartościach zawartości białka oznaczonego dla jednej próbki ziarna pszenicy o wilgotności 14% przy uwzględnieniu różnych czynników

Obliczona zawartość białka	Współczynnik przeliczeniowy (N) zawartości azotu na zawartość białka	Wynik wyrażony w:
12,5	5,7	% s.m.
13,7	6,25	% s.m.
10,8	5,7	%
11,8	6,25	%
12,3	5,7	w przeliczeniu na 12% wilgotności
13,4	6,25	w przeliczeniu na 12% wilgotności

Tabela I.16. Precyzja metody oznaczania zawartości białka określona w normie PN-EN ISO 20483:2014-02

Precyzja metody			Przykładowe wartości precyzji metody, wyznaczone przy poziomie zawartości białka		
			9% s.m.	12% s.m.	15% s.m.
Powtarzalność		**$r = (0{,}063 \times w_p) \times 2{,}8$**	0,2	0,2	0,3
Odtwarzalność		**$R = (0{,}014 \times w_p) \times 2{,}8$**	0,4	0,5	0,6
Porównywanie dwóch grup pomiarów	w jednym laboratorium	**$CDr = 0{,}01247 \times w_p$**	0,1	0,1	0,2
	w dwóch laboratoriach	**$CDR = 0{,}03716 \times w_p$**	0,3	0,4	0,6

w_P – zawartość białka.

W normie PN-EN ISO 5529:2010 Pszenica – Oznaczanie wskaźnika sedymentacyjnego – Test Zeleny'ego opisano metodę oznaczania jednego z wyróżników określających jakość ziarna pszenicy, który jest związany z wartością wypiekową mąki otrzymanej z tego ziarna. Metoda ta jest znana jako „test sedymentacyjny Zeleny'ego" i ma zastosowanie tylko do pszenicy zwyczajnej *Triticum aestivum*.

Zasada metody polega na przygotowaniu zawiesiny badanej mąki otrzymanej z ziarna pszenicy w określonych warunkach rozdrabniania i odsiewania,

w roztworze kwasu mlekowego i propan-2-olu w obecności barwnika – błękitu bromofenolowego. Po upływie określonego czasu wytrząsania i odstania, oznaczana jest objętość osadu tworzącego się w wyniku osiadania cząstek mąki definiowana jako wskaźnik sedymentacyjny, wyrażony w cm^3 z dokładnością do 1 cm^3.

Z próbki ziarna o masie 100, 150 lub 200 g (w zależności od typu stosowanego rozdrabniacza: Miag-Grobschrotmühle, Brabender-Sedimat, Tag-Heppenstall, Stand-Roll model SRM, Straube model W.1) należy wydzielić wszystkie zanieczyszczenia ziarna, a następnie rozdrobnić ziarno i przesiać rozdrobniony produkt zgodnie z opisem podanym w załączniku A wyżej wymienionej normy. Warunki przemiału są zróżnicowane w zależności od typu rozdrabniacza ale we wszystkich przypadkach próbka mąki do badań powinna przesiewać się w całości przez sito o wielkości nominalnej oczka 150 µm, a jej masa powinna stanowić ≥10% masy próbki ziarna wziętej do rozdrabniania. W tabeli I.17 przedstawiono precyzję metody oznaczania wskaźnika sedymentacyjnego Zeleny'ego.

Tabela I.17. Precyzja metody oznaczania wskaźnika sedymentacyjnego Zeleny'ego określona w normie PN-EN ISO 5529:2010

Precyzja metody			Przykładowe wartości precyzji metody, wyznaczone przy poziomie wskaźnika sedymentacyjnego Zeleny'ego		
			20 cm^3	35 cm^3	65 cm^3
Powtarzalność, r		(0,0098 Vz+0,3179)×2,77	1	2	3
Odtwarzalność, R		(0,0372 Vz+0,2665)×2,77	3	4	7
Porównywanie dwóch grup pomiarów	w jednym laboratorium	CDr = 1,98 s_r	1	1	2
	w dwóch laboratoriach	CDR = 2,8 $\sqrt{s_R^2 - 0{,}5s_r^2}$	3	4	7

V_z – wskaźnik sedymentacyjny Zeleny'ego; s_r, s_R – odchylenie standardowe powtarzalności i odtwarzalności.

Oznaczenia zarówno zawartości białka jak i wskaźnika sedymentacyjnego Zeleny'ego są bardzo czasochłonne, wymagają specjalistycznego wyposażenia laboratorium oraz wykwalifikowanego personelu. W praktyce przemysłu zbożowo-młynarskiego do oznaczenia wyżej wymienionych wyróżników jakościo-

wych stosowane są analizatory NIR wykorzystujące technikę bliskiej podczerwieni.

Podkomitet TC17/SC8/N6 Międzynarodowej Organizacji Metrologii Prawnej (International Organization of Legal Metrology OIML) w 2016 roku opublikował Zalecenia Nr R 146 dotyczące oznaczania zawartości białka w ziarnie zbóż i nasionach roślin oleistych (International Recommendation OIML R 146:2016 – Protein measuring instruments for cereal grain and oilseeds). Zalecenia te dotyczą urządzeń pomiarowych techniki NIR użytkowanych w handlu. Maksymalne dopuszczalne błędy wskazań, w zależności od warunków pracy urządzenia przedstawiono w tabeli I.18. Więcej informacji w tym zakresie będzie podanych w dalszej części niniejszego opracowania

Tabela I.18. Maksymalne dopuszczalne błędy wskazań przy oznaczaniu za pomocą urządzeń techniki NIR w zależności od warunków w jakich dokonuje się sprawdzania rzetelności pracy wg OIML Nr 146:2016

Rodzaj zboża	Sprawdzanie urządzenia w warunkach referencyjnych w zakresie temperatury i wilgotności względnej otoczenia		Przy rutynowych oznaczeniach w warunkach przemysłowych MPE – maksymalny dopuszczalny błąd
	Przy zatwierdzaniu typu aparatu SEP	Odtwarzalność przy badaniu dwóch egzemplarzy aparatu SD	
Pszenica	± 0,34%	± 0,20%	± 0,4%
Jęczmień	± 0,40%	± 0,24%	± 0,5%
Kukurydza	± 0,50%	± 0,30%	± 0,8%

SEP – standardowy błąd kalibracji – w % zawartości białka – współczynnik charakteryzujący poziom różnicy wyników LAB-NIR w odniesieniu do zbioru próbek testującego daną kalibrację (zalecane co najmniej 10 – 15 próbek ziarna o zróżnicowanej zawartości białka).

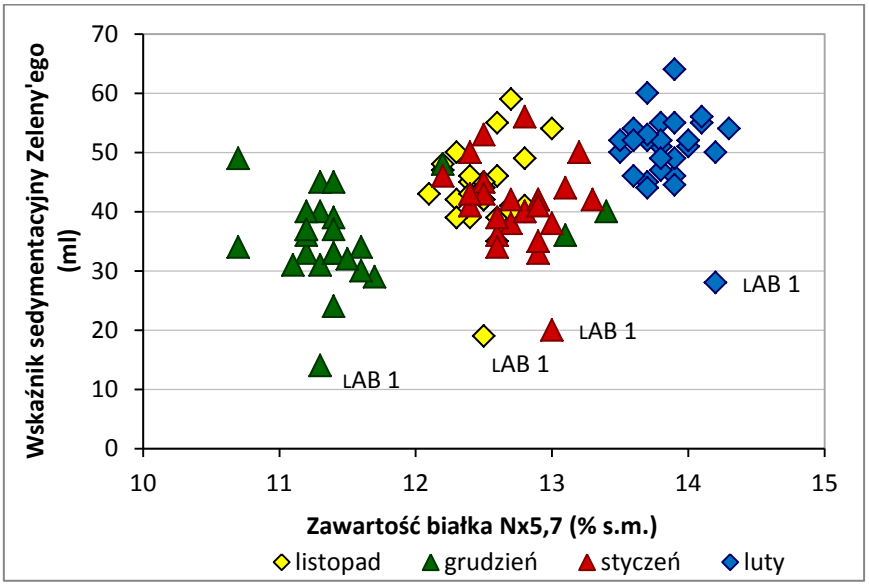
SD – maksymalna dopuszczalna różnica wyników oznaczania zawartości białka tej samej próbki ziarna za pomocą dwóch różnych egzemplarzy analizatorów NIR znajdujących się w jednym pomieszczeniu w warunkach referencyjnych.

MPE – maksymalna dopuszczalna różnica wyników LAB-NIR oznaczania zawartości białka tej samej próbki ziarna, przy czym wynik NIR – uzyskany za pomocą analizatora NIR pracującego w warunkach przemysłowych a LAB – wynik referencyjny uzyskany metodą odniesienia dla tej samej próbki ziarna.

Analizatory NIR pracują w oparciu o kalibracje wyznaczone na podstawie analizy próbek rzeczywistych za pomocą metod znormalizowanych. Użytkownicy urządzeń pomiarowych techniki NIR powinni sprawdzać poprawność pracy aparatu na podstawie analizy próbek wzorcowych z oznaczonymi za pomocą metod odniesienia wartościami wyróżników jakościowych, poprzez uczestnic-

two w badaniach międzylaboratoryjnych oraz coroczne dostosowanie kalibracji do nowych zbiorów.

Wyniki badań biegłości organizowanych przez ZPZiP IBPRS wskazują na duże zróżnicowanie zawartości białka i wskaźnika sedymentacyjnego Zeleny'ego oznaczanych za pomocą analizatorów NIR w przypadku oceny jednej próby ziarna przez kilkanaście – kilkadziesiąt laboratoriów. Na rysunku I.3 przedstawiono wyniki oceny czterech próbek ziarna badanych przez uczestników w okresie listopad 2015 – luty 2016. Ziarno pszenicy badane w grudniu charakteryzowało się zawartością białka wynoszącą 11,3% s.m. i wskaźnikiem sedymentacyjnym Zeleny'ego 36 cm^3 (oznaczenia wykonano metodami referencyjnymi). Natomiast wyniki przesłane przez uczestników badań biegłości uzyskane za pomocą analizatorów NIR kształtowały się w zakresie odpowiednio: od 10,7 do 13,4% s.m. i od 14 do 49 cm^3. Należy zwrócić uwagę na wyniki uzyskane przez „LAB 1", które wykazują prawidłowe działanie aparatu w zakresie oznaczania zawartości białka, jednak kalibracja dotycząca wskaźnika sedymentacyjnego Zeleny'ego jest niewłaściwa.



Rysunek I.3. Zależność między zawartością białka a wskaźnikiem sedymentacyjnym Zeleny'ego oznaczonymi za pomocą analizatorów NIR w ocenie ziarna pszenicy w wybranych miesiącach badań biegłości organizowanych przez ZPZiP IBPRS

Zawartość białka jest podstawowym wyróżnikiem jakościowym stosowanym w handlu ziarnem pszenicy. W kontraktach handlowych, aby uniknąć sytuacji konfliktowych wśród uczestników rynku zbożowego należy pamiętać, aby prawidłowo wyrażać wynik zawartości białka i podawać informację dotyczącą

stosowanego współczynnika przeliczeniowego azotu na białko oraz czy zawartość białka wyrażona jest w % czy % s.m. Wymagania określone w kontraktach handlowych przy ustalaniu ceny w skupie i obrocie ziarnem pszenicy często obok poziomu zawartości białka uwzględniają także wskaźnik sedymentacyjny Zeleny'ego. Dlatego tak ważne jest, aby użytkownicy analizatorów NIR mieli pewność, że ich urządzenia pracują prawidłowo.

Dla potrzeb planowanej do realizacji *Platformy żywnościowej* rekomendowane jest oznaczenie zawartości białka w ziarnie pszenicy według następującej metodyki:

- w laboratoriach przy magazynach autoryzowanych – za pomocą analizatorów techniki NIR wyposażonych w odpowiednie kalibracje, w których wartościami odniesienia są wyniki oznaczania zawartości białka uzyskane według metody opisanej w normie PN-EN ISO 20483. Niezbędne jest posiadanie atestu urządzenia wydanego po jego sprawdzeniu w upoważnionej jednostce zewnętrznej,
- w laboratoriach odwoławczych – wyłącznie metodą referencyjną według normy PN-EN ISO 20483.

Dla potrzeb planowanej do realizacji *Platformy żywnościowej* nie jest rekomendowane oznaczenie wskaźnika sedymentacyjnego Zeleny'ego, charakteryzującego jakość kompleksu białkowego, z uwagi na długi czas uzyskania wyników analizy metodą referencyjną oraz stosunkowo małą precyzję kalibracji opracowanych dla analizatorów NIR.

Ilość i jakość glutenu

W praktyce przemysłu zbożowo-młynarskiego i piekarskiego w Polsce ilość i jakość glutenu jest jednym z podstawowych wyróżników jakościowych uwzględnianych w kontraktach dotyczących handlu ziarnem pszenicy, a zwłaszcza mąki pszennej.

W ziarnie pszenicy i w mące pszennej białkami o największym znaczeniu w produkcji pieczywa są gliadyna i glutenina, które po zmieszaniu mąki z wodą tworzą gluten. Ilość i jakość glutenu określane są bezpośrednio przez jego wymywanie z ciasta lub pośrednio przez oznaczanie wskaźnika sedymentacyjnego Zeleny'ego, zawartości białka ogółem oraz przez badanie właściwości reologicznych ciasta [Gąsiorowski 2004; Gaines i in. 2006].

Badanie właściwości glutenu, takich jak: rozciągliwość, sprężystość oraz odporność na rozpływanie, pozwala na uzyskanie informacji o elastyczności ciasta oraz jego zdolności do zatrzymywania gazów. Rozmieszczenie pęcherzyków powietrza w cieście i powstawanie porów miękiszu podczas wypieku zależy od jakości glutenu. Gluten klasyfikuje się ze względu na jego właściwości fizyczne jako: mocny, normalny lub słaby. Gluten mocny powoli chłonie wodę, jest zwięzły i sprężysty. Z mąki o takim glutenie pieczywo ma miękisz suchy i popękany. Gluten słaby szybko chłonie wodę i charakteryzuje się strukturą luźną, rozpływającą się. Ciasto uzyskane z mąki o takim glutenie ma słabą strukturę, która nie zatrzymuje gazów fermentacyjnych wewnątrz ciasta, a otrzymane pieczywo jest płaskie [Jakubczyk i Haber 1983; Słowik 2006].

Metody oznaczania ilości i jakości glutenu najczęściej stosowane w Polsce opisane są w następujących normach:

- PN-A-74041:1977 Ziarno zbóż i przetwory zbożowe – Oznaczanie ilości i jakości glutenu (metoda ręcznego oraz mechanicznego wymywania glutenu za pomocą glutownika) (norma wycofana z Katalogu Polskich Norm),
- PN-EN ISO 21415-2:2015-12 Pszenica i mąka pszenna – Ilość glutenu – Część 2: Oznaczanie glutenu mokrego i indeksu glutenu za pomocą urządzeń mechanicznych (zastąpiła normę PN-EN ISO 21415-2:2008 Pszenica i mąka pszenna – Ilość glutenu – Część 2: Oznaczanie glutenu mokrego za pomocą urządzeń mechanicznych, w której nie opisano metody oznaczania indeksu glutenu),
- PN-A-74042:1993 Ziarno zbóż i przetwory zbożowe – Oznaczanie glutenu mokrego za pomocą urządzeń mechanicznych (norma wycofana).

W Katalogu Polskich Norm wymienione są także następujące normy dotyczące oznaczania ilości i jakości glutenu:

- PN-EN ISO 21415-1:2007 Pszenica i mąka pszenna – Zawartość glutenu – Część 1: Oznaczanie ilości glutenu mokrego metodą ręcznego wymywania,
- PN-EN ISO 21415-3:2007 Pszenica i mąka pszenna – Zawartość glutenu – Część 3: Oznaczanie zawartości glutenu suchego w glutenie mokrym metodą suszarkową,
- PN-EN ISO 21415-4:2008 Pszenica i mąka pszenna – Ilość glutenu. Część 4: Oznaczanie ilości glutenu suchego w glutenie mokrym metodą szybkiego suszenia,
- PN-A-74043-1:1994 Ziarno zbóż i przetwory zbożowe – Oznaczanie glutenu mokrego – Postanowienia ogólne i zakres normy,

- PN-A-74043-2:1994 Ziarno zbóż i przetwory zbożowe – Oznaczanie glutenu mokrego –Pszenica,
- PN-A-74043-3:1994 Ziarno zbóż i przetwory zbożowe – Oznaczanie glutenu mokrego – Mąka pszenna.

W normach PN-A-74043 opisano metodę określania ilości glutenu mokrego polegającą na przygotowaniu ciasta z próbki mąki lub śruty pszennej i roztworu chlorku sodu. Gluten wymywany jest z ciasta roztworem chlorku sodu – sposobem ręcznym lub przy użyciu glutownika. Oznaczanie rozpływalności glutenu polega na określeniu zwiększenia średnicy kulki glutenu umieszczonej w termostacie w temperaturze 30^{o}C po upływie 60 min.

Najbardziej powszechne w Polsce jest wymywanie ręczne glutenu w wodzie według metodyki określonej w PN-A-74041:1977 [Szafrańska 2013]. W coraz większej liczbie laboratoriów stosowane jest również wymywanie glutenu za pomocą urządzeń mechanicznych (np. Glutomatic) z użyciem roztworu chlorku sodu wg PN-EN ISO 21415-2:2015-12. W tabeli I.19 scharakteryzowano obie wyżej wymienione metody oznaczania glutenu, a w tabeli I.20 podano precyzję oznaczania glutenu za pomocą obu wskazanych metod.

Tabela I.19. Porównanie metody oznaczania glutenu w ziarnie pszenicy wg PN-A-74041:1977 i PN-EN ISO 21415-2:2015-12

	Wymywanie ręczne glutenu wg PN-A-74041:1977	Wymywanie glutenu za pomocą urządzeń mechanicznych wg PN-EN ISO 21415-2:2015-12
Granulacja materiału użytego do oznaczania	Rozdrobnić ziarno do uzyskania śruty o następującej granulacji: – przesiew przez sito 1 mm: 100%, – przesiew przez sito 230 µm: 50 – 65 %. Do oznaczania należy użyć tylko frakcję uzyskaną z przesiania śruty przez sito 230 µm.	Śruta całoziarnowa, w której: – przez sito 710 µm przesiewa się 100%, – przez sito 500 µm – od 95 do 100%, – przez sito 210 do 200 µm: ≤ 80%. Do oznaczania używać śrutę całoziarnową.
Czynnik wymywający	Woda wodociągowa o temp. 15 – 20°C.	Roztwór 2% NaCl o temp. 22±2°C, przygotowany na bazie wody destylowanej w dniu wykonania oznaczenia.
Przygotowanie ciasta	Z 25*±0,01 g mąki i 12,5 cm^3 wody wodociągowej – sporządzić ciasto zagniatając je w moździerzu przy użyciu tłuczka. Uformowaną kulkę ciasta pozostawić pod wodą na 20 min w przypadku ziarna pszenicy zwyczajnej a na 40 do 90 min w przypadku ziarna pszenicy durum.	Z 10±0,01 g mąki i 4,8 cm^3 2% roztworu NaCl ciasto zagniatane jest mechanicznie przez 20 s w komorze wymywania za pomocą mieszadeł o ściśle określonych wymiarach i przy ich stałej prędkości obrotowej.
Wymywanie glutenu	Ręcznie nad sitem 180 µm lub 160 µm pod słabym strumieniem wody bieżącej. Pozostające na sicie cząstki glutenu należy dołączać do ciasta. Wymywanie prowadzone do momentu gdy woda nie wykazuje reakcji na obecność skrobi. Nie określono objętości użytej wody ani czasu wymywania.	Mechanicznie w komorach z sitami 88 µm i po 2 min wymywania 840 µm (poliamidowe) (śruta). Ilość zużytego roztworu NaCl: 250 – 280 ml. Czas: 5 min
Osuszanie glutenu	Między dwoma szklanymi płytkami z powierzchnią o odpowiedniej szorstkości; do momentu stwierdzenia, że gluten lekko przylepia się do suchych palców.	Umieszczenie wymytego glutenu w kasecie wirówki o 6000 ± 5 obrotów na minutę; czas odwirowania – 1 min.
Oznaczenie ilości glutenu	Zważenie osuszonego glutenu i obliczenie jego ilości.	Zważenie w odpowiedniej kolejności frakcji glutenu i obliczenie jego ilości.
Oznaczenie jakości glutenu	Odważenie porcji 5 g osuszonego glutenu, uformowanie kulki, odczytanie średnicy i umieszczenie jej w cieplarce w temp. 30°C na okres 1 godz.; następnie odczytanie średnicy i obliczenie rozpływalności glutenu.	Obliczenie Indeksu Glutenu na podstawie wyników ważenia poszczególnych frakcji glutenu.
Czas oznaczania ilości i jakości glutenu	ok. 2,5 godzin	10 – 15 min

* Jeśli masa wymytego glutenu jest mniejsza niż 5 g, oznaczenie należy powtórzyć biorąc do analizy 50 g mąki i 25 cm^3 wody.

Według wieloletnich obserwacji prowadzonych przez ZPZiP IBPRS największe zróżnicowanie wyników uzyskiwanych w różnych laboratoriach wynika:

- ze sposobu osuszania glutenu: w dłoniach lub przy użyciu płytek szklanych – różnice o 3 – 4%,
- różnego sposobu wymywania glutenu (specyficzne sposoby ugniatania ciasta pod wodą),
- jakości – zwłaszcza twardości wody wodociągowej,
- ponadto w przypadku ziarna pszenicy – ze stosowania różnych rozdrabniaczy laboratoryjnych.

Jakość glutenu określana jest jako rozpływalność glutenu w przypadku wymywania ręcznego oraz indeks glutenu, w przypadku wymywania sposobem mechanicznym (Glutomatic) [Jakubczyk 1971; Jurga 1994]. Rozpływalność glutenu określana jest poprzez określenie różnicy między pomiarem średnicy 5 g kulki glutenu wykonanym przed umieszczeniem jej w termostacie (temp. 30±3^{o}C, czas 60 min) i po jej wyjęciu i wyrażona jest w milimetrach, z dokładnością do 1 mm [PN-A-74041:1977]. Kulka glutenu umieszczona jest na płytce szklanej przykrytej zlewką pojemności 200 cm^3, na której dnie umieszczony jest zwilżony krążek bibuły, zapobiegający wysychaniu kulki glutenu.

Indeks glutenu wg PN-EN ISO 21415-2:2015-12 określany jest po odwirowaniu glutenu w wirówce jako stosunek ilości glutenu, który pod wpływem działania siły odśrodkowej w wirówce nie przeszedł przez sito 600 µm, a pozostał na nim do całkowitej ilości glutenu określonego w trakcie analizy, pomnożony przez 100.

Tabela I.20. Precyzja metody oznaczania ilości i jakości glutenu

	Wymywanie glutenu wg PN-A-74041:1977	Wymywanie glutenu wg PN-EN ISO 21415-2:2015-12
Ilość glutenu	nie określono zakresu	w zakresie: 17,6 – 34,7%
Powtarzalność	2	1,1
Odtwarzalność	nie podano	2,8
Jakość glutenu	Rozpływalność glutenu	Indeks glutenu (IG) w zakresie: 43 – 98
Powtarzalność	nie podano	IG ≤ 70 r = 8 IG > 70 r = 6
Odtwarzalność	nie podano	IG ≤ 70 R = 31 IG > 70 R = 14

Ilość glutenu uzyskiwana z ciasta zależy od wielu czynników, takich jak: zawartość białka w mące, sposób wymywania (ręcznego czy mechanicznego), ilość i jakość soli mineralnych zawartych w wodzie użytej do wymywania glutenu, pH wody, temperatura wody, działalność enzymów w cieście, czas odleżenia ciasta przeznaczonego do wymywania glutenu i in. [Jakubczyk i Haber 1983].

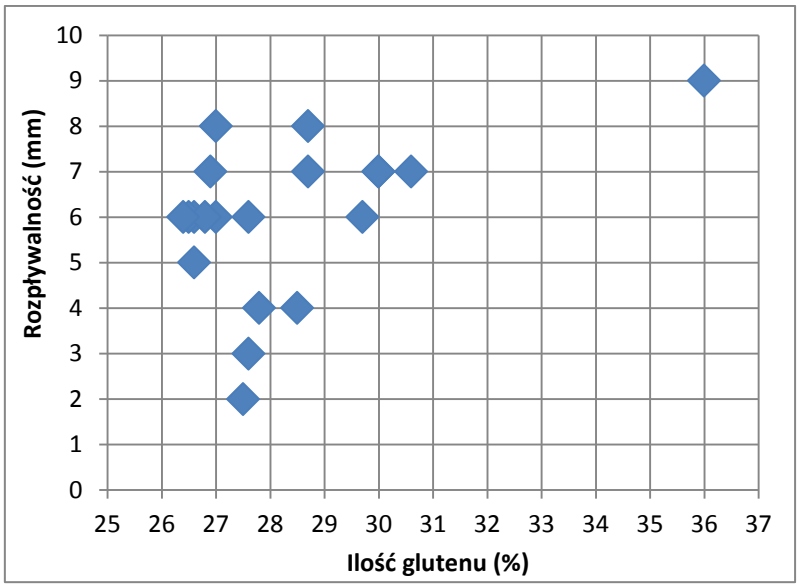
Do wymywania glutenu metodą ręcznego wymywania używa się wody wodociągowej, ze względu na korzystne działanie na gluten soli mineralnych zawartych w wodzie. Niższa niż zalecana temperatura wody przy wymywaniu glutenu może przyczyniać się do niższej ilości wymytego glutenu, z uwagi na wolniej przebiegający proces pęcznienia białek glutenu.

W przypadku wymywania glutenu z mąki porażonej pluskwą pszeniczną wodą o niższej temperaturze uzyskuje się wartości glutenu większe niż wartość prawidłowa, ponieważ zmniejsza się szybkość rozkładania się glutenu. Ilość glutenu wymywanego z mąki z ziarna porośniętego jest obniżona z powodu częściowego rozkładu białek glutenowych przez enzymy proteolityczne. Znaczne wydłużenie czasu odleżenia ciasta przeznaczonego do wymywania glutenu prowadzi do zwiększania wydajności glutenu jedynie w przypadku mąki pochodzącej z ziarna uszkodzonego termicznie (jako wynik lepszego uwodnienia trudno pęczniejących białek glutenu). Ciasto, które podczas wymywania glutenu zmienia się w lepką mazistą masę, gdyż gluten rozpływa się i nabiera konsystencji gęstego płynu, wskazuje na rozkład glutenu powstały wskutek zmian chorobowych w ziarnie. Ciasto, które podczas wymywania kruszy się na cząstki kaszowate nie zlepiające się ze sobą, wskazuje na uszkodzenie termiczne substancji białkowych [Dzieduszycki 1954; Jakubczyk i Haber 1983]. W takich przypadkach, kiedy gluten nie daje się wymyć, zgodnie z zapisami normy PN-A-74041:1977 należy podać: „gluten nie wymywa się”.

W ocenie jakości ziarna pszenicy w kontraktach handlowych w Polsce wciąż dużą rolę odgrywa ilość glutenu określona metodą ręcznego wymywania wg PN-A-74041:1977. Często popełnianym błędem jest brak informacji w kontrakcie jaką metodą będzie oznaczana ilość glutenu. Z wieloletnich badań prowadzonych w ZPZiP IBPRS wynika, że ilość glutenu oznaczana metodą ręcznego i mechanicznego wymywania różni się w zależności od zastosowanej metody [Górniak i Rothkaehl 1999; Szafrańska 2013].

Określanie ilości i jakości glutenu metodą ręcznego wymywania jest najprostszą i najtańszą metodą oznaczania tego wyróżnika jakościowego. Metoda ta może być jednak obarczona dużym błędem ze strony wykonawcy oznaczania

na co wskazują wyniki badań biegłości (rysunek I.4). Laboratoria badające tą samą próbę ziarna pszenicy uzyskiwały wyniki ilości glutenu w zakresie od 26 do 36% i rozpływalność od 2 do 9 mm. Bardziej obiektywną metodą oznaczania tego wyróżnika jakościowego jest zastosowanie urządzenia mechanicznego, które umożliwia stworzenie bardziej zbliżonych warunków wymywania glutenu w poszczególnych laboratoriach i zminimalizowanie wpływu czynnika ludzkiego na wynik oznaczenia. Jednakże w Polsce w praktyce przemysłowej w większości laboratoriów przy zakładach zbożowo-młynarskich ilość glutenu określana jest przy użyciu analizatorów NIR, kalibrowanych w odniesieniu do metody ręcznego wymywania. Tylko nieliczne laboratoria są wyposażone w specjalistyczny sprzęt do wymywania glutenu sposobem mechanicznym, czyli typu glutomatic [Rothkaehl 2015b].



Rysunek I.4. Wyniki oceny ilości i rozpływalności glutenu w próbce ziarna pszenicy w ramach badań biegłości [źródło: *Szafrańska 2016*]

Ziarno zbóż jest surowcem naturalnym bardzo niejednorodnym pod względem cech fizycznych i składu chemicznego. Nawet ziarno tej samej odmiany danego rodzaju zboża jest zróżnicowane jakościowo w zależności od roku zbiorów i rejonu uprawy, a także zastosowanej agrotechniki [Szafrańska 2016]. Przetwarza się je natomiast na produkty konsumpcyjne, paszowe i przemysłowe, których użytkownicy wymagają ich określonej jakości, homogenicznej w całej partii towaru i powtarzalnej w kolejnych dostawach. Dlatego przetwórcy ziarna zbóż, zwłaszcza ziarna pszenicy, czyli jednej z czterech najważniejszych upraw zbożowych na świecie, a w Polsce obecnie gospodarczo najważniejszej, usiłują dokładnie określić wymagania jakościowe w odniesieniu

do ziarna, które chcą zakupić, aby je przetworzyć na produkowane przez siebie produkty finalne.

Wymagania jakościowe w odniesieniu do wartości technologicznej ziarna pszenicy wykorzystywanego w przetwórstwie na cele konsumpcyjne i paszowe określić można za pomocą wielu wyróżników jakościowych ale obecnie to zawartość białka jest parametrem najpowszechniej uwzględnianym w kontraktach w handlu na rynku światowym i unijnym.

W Polsce, zwłaszcza przy zakupie ziarna pszenicy do młynów, nadal często uwzględnia się także parametr ilości glutenu. Nie zawsze można bowiem zagwarantować odpowiedni poziom ilości glutenu w produkowanej mące pszennej na bazie określenia danego poziomu zawartości białka w ziarnie pszenicy. A znakomita większość piekarzy w Polsce nadal określa wymagania w odniesieniu do kupowanej mąki pszennej w oparciu o ilość glutenu, a nie o zawartość białka. Wzajemna relacja ilości glutenu i zawartości białka tak w ziarnie pszenicy, jak i w uzyskanej z niego mące jest zmienna w latach, co wynika z faktu iż nie wszystkie białka zawarte w ziarnie są białkami glutenowymi. W określonych warunkach pogodowych oraz przy zastosowanej agrotechnice, zwłaszcza w zależności od nawożenia azotowego, w ziarnie danej odmiany pszenicy wytwarzana jest nie tylko różna zawartość białka ogółem ale także różna proporcja zawartości jego poszczególnych frakcji, w tym także białek glutenowych [Rothkaehl 2015b].

Dla potrzeb planowanej do realizacji *Platformy żywnościowej* nie jest rekomendowane oznaczenie ilości i jakości glutenu, z uwagi na stosunkowo długi czas uzyskania wyników analizy metodą referencyjną oraz niską precyzję kalibracji opracowanych dla analizatorów NIR i brak możliwości opracowania kalibracji dla cech opisujących jakość glutenu, takich jak rozpływalność glutenu czy indeks glutenu.

Metody oznaczania wyżej wymienionych wyróżników jakościowych ziarna pszenicy i mąki pszennej, zarówno opisujących ilość, jak i jakość kompleksu białkowego, charakteryzują się dużą czaso- i pracochłonnością. Kilka godzin oczekiwania na wynik badania wyróżników jakościowych takich jak: wilgotność, zawartość białka czy wskaźnik sedymentacyjny Zeleny'ego, to okres zbyt długi przy ocenie jakości partii ziarna pszenicy przyjmowanej do magazynu zbożowego czy też oceny wykonywanej w celu podjęcia decyzji o ingerencji w przebieg procesu produkcyjnego w celu korekcji jakości międzyproduktu czy też produktu finalnego. Dlatego też w miarę ogólnego rozwoju techniki i technologii po-

szukiwano możliwości opracowania szybkich metod oznaczania najważniejszych wyróżników jakościowych ziarna zbóż i przetworów zbożowych ale jednocześnie równie precyzyjnych jak dotychczas stosowane metody referencyjne. Oczekiwano, że będą one także bardziej przyjazne dla środowiska i stosunkowo proste do wykonania.

Efektem prac naukowo-badawczych w tym zakresie są urządzenia pomiarowe wykorzystujące technikę bliskiej podczerwieni, nazywane analizatorami NIR. Obecnie są one powszechnie stosowane w praktyce przemysłu zbożowo-młynarskiego i paszowego praktycznie na całym świecie i także w Polsce. Analizatory NIR pozwalają na znaczące skrócenie – praktycznie do kilku minut – czasu uzyskania wyniku oznaczania wielu wyróżników jakościowych, w tym zwłaszcza zawartości białka i wilgotności. Warunkiem uzyskiwania przez użytkowników rzetelnych i odtwarzalnych wyników badania jakości ziarna zbóż i przetworów zbożowych jest prawidłowa eksploatacja danego analizatora NIR, wyposażonego w odpowiednie kalibracje w zakresie produktów i wyróżników jakościowych. Precyzja tych kalibracji powinna być zbliżona do precyzji referencyjnych metod oznaczania poszczególnych wyróżników jakościowych ziarna zbóż i przetworów zbożowych.

Każdy użytkownik analizatora NIR musi kontrolować okresowo i w uzasadnionych sytuacjach (np. ziarno z nowych zbiorów, dostawa ziarna z innego rejonu niż zazwyczaj) czy wynik oznaczania określonego wyróżnika jakościowego za pomocą analizatora NIR jest zgodny z wynikiem badania danej próbki ziarna wykonanego według metody referencyjnej, opisanej w odpowiedniej normie. Dotyczy to wszystkich wyróżników jakościowych jakie są badane za pomocą analizatora NIR.

Wskazówki co do poziomu akceptowalnych różnic (maksymalne dopuszczalne błędy pomiarowe) pomiędzy wynikami oznaczania zawartości białka w ziarnie zbóż metodą referencyjną i za pomocą analizatora NIR możemy znaleźć w zatwierdzonym pod koniec 2016 roku i opublikowanym w luty 2017 roku przez Międzynarodową Organizację Metrologii Prawnej (OIML) dokumencie OIML Recomendation 146 Edition 2016 „Protein measuring instruments for cereal grain and oilseeds” („Urządzenia mierzące zawartość białka w ziarnie zbóż i nasionach roślin oleistych”). Tekst Zaleceń OIML Nr 146 Ed. 2016 może być pobrany w angielskiej lub francuskiej wersji językowej ze strony internetowej www.oiml.org.

Zalecenia OIML Nr 146 Ed. 2016 zostały opracowane przez OIML TC17/SC 8 „Instruments for quality analysis of agricultural products” (Komitet

Techniczny 17/Grupa Projektowa 8 „Urządzenia do pomiaru jakości produktów rolnych"), którego Sekretariat prowadzony jest przez Australię. Składają się z trzech części:

- Część 1: Wymagania metrologiczne i techniczne,
- Część 2: Kontrola metrologiczna i przeprowadzane badania,
- Część 3: Format raportu z badań.

W części pierwszej wyżej wymienionego dokumentu OIML podane są maksymalne dopuszczalne błędy pomiarowe uwzględniane przy sprawdzaniu kalibracji analizatorów NIR przez niezależną jednostkę zewnętrzną (określanych jako: certyfikowanie, atestacja bądź kalibracja) w standardowych warunkach otoczenia, a także uwzględniane przy ich rutynowym użytkowaniu w warunkach przemysłowych. Dokument ten dotyczy analizatorów NIR użytkowanych przy transakcjach handlowych do oznaczania zawartości białka w ziarnie zbóż i nasionach roślin oleistych.

Określone w Zalecenia OIML Nr 146 Ed. 2016 zasady sprawdzania analizatorów NIR mogą być stosowane w przypadku analizatorów cyfrowych, które nie wymagają zmiany postaci badanej próbki (czyli całoziarnowych), jak i do takich, które tego wymagają (czyli proszkowych), jeżeli te ostatnie także spełniają przedstawione wymagania techniczne i metrologiczne, zwłaszcza w zakresie odtwarzalności uzyskiwanych wyników oznaczania oraz maksymalnych dopuszczalnych błędów.

Zalecenia OIML Nr 146-1-2016 jako referencyjne metody oznaczania zawartości białka w ziarnie zbóż i nasionach roślin oleistych dopuszczają metody określone w następujących normach:

- ISO 16634-2:2014 Food products – Determination of the total nitrogen content by combustion according to the Dumas principle and calculation of the crude protein content – Part 2: Cereals, pulses and milled cereal products [Produkty żywnościowe – Oznaczanie całkowitej zawartości azotu przez spalanie zgodnie z zasadą Dumas i obliczanie zawartości białka ogólnego – Część 2: Ziarno zbóż, nasiona roślin strączkowych i przetwory zbożowe],
- ISO 24083:2013 Determination of the nitrogen content and calculation of the crude protein content – Kjeldahl method, wdrożona do Katalogu Polskich norm jako PN-EN ISO 20483:2014-02 Ziarno zbóż i nasiona roślin strączkowych – Oznaczanie zawartości azotu i przeliczanie na zawartość białka – Metoda Kjeldahla.

Dopuszczalne maksymalne błędy pomiarowe (dopuszczalna różnica pomiędzy wynikiem oznaczania za pomocą analizatora NIR a wynikiem oznaczania według metody referencyjnej) przy sprawdzaniu (atestacji) i użytkowaniu całoziarnowych analizatorów NIR podane w Zaleceniach OIML Nr 146-1-2016 przedstawiono w tabeli I.21. Podane błędy nie ulegają zmianie w zależności od poziomu zawartości białka. Są jednak zróżnicowane w zależności od rodzaju ziarna z uwagi na różnice w jego wielkości, kształcie i szorstkości, które determinują sposób ułożenia ziarna w komorze pomiarowej analizatora.

Tabela I.21. Dopuszczalne maksymalne błędy pomiarowe uwzględniane przy sprawdzaniu prawidłowości wskazań analizatorów NIR stosowanych przy ocenie zawartości białka w ziarnie zbóż i nasionach roślin strączkowych podane w Zaleceniach OIML Nr 146-1-2016

Rodzaj ziarna	Sposób wyrażenia wyniku zawartości białka	Dopuszczalne maksymalne błędy pomiarowe przy sprawdzaniu w trakcie użytkowania	Dopuszczalne maksymalne błędy pomiarowe przy sprawdzaniu przez jednostkę zewnętrzną[2)]
Pszenica zwyczajna	w % suchej masy	± 0,4	± 0,34
	MB > 0% [1)]	± 0,4 x (1 – MB)	± 0,34 x (1 – MB)
Jęczmień	w % suchej masy	± 0,5	± 0,40
	MB > 0% [1)]	± 0,5 x (1 – MB)	± 0,40 x (1 – MB)
Kukurydza	w % suchej masy	± 0,8	± 0,50
	MB > 0% [1)]	± 0,8 x (1 – MB)	± 0,50 x (1 – MB)

[1)] W przeliczeniu na określony poziom wilgotności inny niż „sucha masa”,
[2)] Analizator w warunkach standardowych w zakresie wilgotności względnej i temperatury otoczenia.

Norma PN-EN ISO 12099:2010 Pasze, ziarno zbóż i produkty przemiału – Wytyczne stosowania spektrometrii bliskiej podczerwieni, może być poradnikiem dla osób użytkujących analizatory NIR w przemyśle zbożowo-młynarskim i paszowym. Podano w niej definicje związane z techniką pomiarową bliskiej podczerwieni oraz informacje dotyczące zasad opracowywania nowych kalibracji, sprawdzania istniejących, m.in. dotyczące liczby próbek niezbędnych do dokonania sprawdzenia prawidłowości wskazań analizatora NIR czy też poziomu wartości mierzonych parametrów w użytych próbkach. Wskazano, iż analizatory NIR umożliwiają w określonych warunkach przewidywanie zawartości składników i parametrów technologicznych w danej matrycy, którą może być np. pasza, ziarno zboża czy produkty jego przemiału. Takie przewidywanie jest możliwe dzięki określeniu związku poziomu wartości pomiarowej, uzyskanej w ozna-

czaniu tej wielkości metodą referencyjną (odniesienia) z absorpcją przez próbkę promieniowania z zakresu bliskiej podczerwieni.

Niekiedy w praktyce przemysłowej ważniejsze jest odpowiednio szybkie uzyskanie wyniku pomiaru niż precyzja tego wyniku analogiczna jak określona w normie, opisującej metodykę oznaczania danego wyróżnika jakościowego metodą referencyjną. Takim wyróżnikiem jakościowym jest przykładowo wilgotność ziarna zbóż, natomiast w przypadku zawartości białka obserwujemy odmienną sytuację. W Zaleceniach OIML Nr 146-1-2016 określono dopuszczalny maksymalny błąd pomiarowy jako ±0,4 punktu procentowego s.m., bez względu na poziom zawartości białka w ziarnie pszenicy, a w normie PN-EN ISO 20483:2014-02 odtwarzalność przy poziomie zawartości białka 12% s.m. wynosi 0,5 punktu procentowego s.m.

Oznacza to, że przy badaniu zawartości białka tej samej próbki ziarna pszenicy w dwóch laboratoriach metodą referencyjną – według ww. normy – wyniki można uznać za zgodne gdy przykładowo: w jednym laboratorium wynik końcowy badania wynosi 12,0% s.m., a w drugim jest w zakresie od 11,5 do 12,5% s.m. Natomiast gdy pomiar zawartości białka tej samej próbki ziarna pszenicy wykonywany jest za pomocą całoziarnowego analizatora NIR oraz zgodnie z metodą referencyjną to wyniki te w świetle wyżej wymienionego dokumentu OIML należy uznać za zgodne wtedy gdy wynik oznaczania metodą referencyjną wynosi 12,0% s.m., a wynik uzyskany za pomocą analizatora NIR jest w zakresie od 11,6 do 12,4% s.m.

Oczywiście im mniejsza jest różnica pomiędzy wynikami LAB (wynik oznaczania wykonanego zgodnie z metodą referencyjną) i NIR (wynik pomiaru wykonanego za pomocą analizatora NIR), tym kalibracja analizatora NIR jest lepiej opracowana, a konstrukcja układu pomiarowego, w tym również komory pomiarowej, jest lepiej dostosowana do ziarna badanego za pomocą tego analizatora NIR. Ziarno poszczególnych gatunków zbóż, a także odmian w danym gatunku, ze względu na zróżnicowanie cech fizycznych (wielkość, kształt, szorstkość powierzchni wynikającej m.in. z obecności lub braku plewki kwiatowej) może wymagać innej konstrukcji komory pomiarowej. W związku z powyższym, niekiedy nie można uzyskać w przypadku określonego typu analizatora NIR takiej samej precyzji wyników oznaczania danego wyróżnika jakościowego, np. zawartości białka czy wilgotności, w przypadku ziarna różnych rodzajów zbóż. Potwierdza to zróżnicowanie maksymalnych dopuszczalnych błędów pomiarowych w zależności od rodzaju ziarna zboża w Zaleceniach OIML Nr 146-1-2016.

Na polskim rynku zbożowym – w magazynach zbożowych firm handlujących ziarnem, w zakładach młynarskich i paszowych, a także w coraz większej liczbie dużych gospodarstw rolnych – według szacunków producentów i dystrybutorów tych urządzeń pomiarowych użytkowanych jest obecnie około 3 – 4 tysiące analizatorów NIR różnych producentów i różnych rodzajów. W zależności od kryterium podziału mogą to bowiem być analizatory:

- transmisyjne lub odbiciowe,
- całoziarnowe lub proszkowe,
- filtrowe lub skanujące.

Najstarsze w Polsce analizatory NIR pracują w branży zbożowej już niekiedy ponad 20 lat, ale nadal użytkownicy uzyskują za ich pomocą prawidłowe wyniki oznaczania. Warunkiem jest ich prawidłowa eksploatacja, zapewniająca odpowiednią zgodność wyników oznaczania LAB i NIR określonych wyróżników jakościowych, zwłaszcza parametru „zawartość białka w ziarnie zboża" bez względu na producenta i typ analizatora NIR.

Jeżeli jedna firma eksploatuje kilka analizatorów NIR, różnego typu i różnej produkcji, i są one zlokalizowane w różnych punktach procesu technologicznego w jednym obiekcie lub w tych samych punktach (np. punkt przyjęcia ziarna do magazynu czy też hala mlewników), ale w różnych obiektach (mogą być położone w różnych miejscowościach), to prawidłowe ustawienie ich kalibracji pozwala na uzyskiwanie zgodnych wyników oznaczania, np. zawartości białka czy ilości glutenu albo wilgotności w przypadku oceny jakości tej samej próbki ziarna pszenicy. Przy czym interpretację zgodności uzyskanych wyników oznaczania musimy przeprowadzić na bazie dopuszczalnych maksymalnych błędów pomiarowych przyjętych w odniesieniu do danej kalibracji.

Do najważniejszych warunków prawidłowej eksploatacji analizatora NIR można zaliczyć:

- wyposażenie analizatora w prawidłowe kalibracje oraz ich okresowe i bieżące (codzienne) sprawdzanie przy użyciu próbek ziarna z oznaczonymi odpowiednią metodą referencyjną parametrami,
- wykonywanie pomiarów przy stosowaniu odpowiednio przygotowanych próbek ziarna, tj. oczyszczonych z grubych zanieczyszczeń, o temperaturze zbliżonej do temperatury analizatora NIR, oraz rozdrobnionych na odpowiednim rozdrabniaczu laboratoryjnym jeżeli jest to analizator NIR tzw. proszkowy itp.,

- odpowiednie przygotowanie analizatora do wykonania określonego pomiaru, np. pierwszego w danym dniu, pierwszego po dłuższej przerwie w danym dniu,
- podłączenie do linii energetycznej o stabilnym napięciu i natężeniu prądu,
- umieszczenie analizatora NIR na stabilnej, poziomej powierzchni w pomieszczeniu, które zapewni odpowiednie warunki jego otoczenia, zwłaszcza w zakresie: temperatury (poziom i bez zmian skokowych) i wilgotności względnej, bez oddziaływania promieniowania elektromagnetycznego oraz silnego przepływu powietrza, a także bez bezpośredniego oddziaływania światła słonecznego,
- utrzymywanie analizatora NIR w czystości oraz dokonywanie okresowych (w zależności od intensywności wykonywanych oznaczań) przeglądów technicznych.

W praktyce przemysłu zbożowo-młynarskiego często zdarza się, że analizatory NIR ustawiane są w miejscach z bezpośrednim oddziaływaniem promieni słonecznych, a także w przeciągu przy otwartym oknie lub pod nawiewem klimatyzacji czy w miejscu w pobliżu głównego traktu „komunikacji pieszej", którym często przechodzą pracownicy powodując ciągłą zmianę atmosfery w najbliższym otoczeniu analizatora NIR. Problemy w działaniu analizatora będą również występowały po umieszczeniu go w pobliżu źródeł promieniowania elektromagnetycznego – tablice rozdzielcze prądu, zbyt nisko nad analizatorem zawieszone świetlówki.

Próbki ziarna kierowane do analizy bezpośrednio po próbobraniu mogą mieć temperaturę zbyt niską (zwłaszcza w okresie zimowym próbki pobrane ze środków transportu) lub zbyt wysoką (próbki ziarna pobrane po suszeniu termicznym przed wychłodzeniem ziarna) w porównaniu do temperatury urządzenia, co będzie miało negatywny wpływ na uzyskanie poprawnego wyniku. Zdarza się też, że do urządzenia NIR typu proszkowego kierowana jest śruta, której temperatura jest za wysoka bo zbyt szybko po rozdrobnieniu próbki ziarna wykonujemy pomiar za pomocą tego urządzenia. Może to być przyczyną zafałszowania wyniku pomiaru.

Bardzo duży wpływ na poprawność wyników badań uzyskiwanych za pomocą analizatorów NIR typu proszkowego ma odpowiednia granulacja śruty całoziarnowej. Ziarno zbóż jest materiałem bardzo twardym i dlatego użytkowane elementy rozdrabniające – bijaki (lub tarcze rozdrabniające), a także sitka klasyfikujące wielkość cząstek – ulegają zużyciu i muszą być wymieniane

w użytkowanych rozdrabniaczach. Użytkownicy tego typu analizatorów NIR niestety często zapominają o konieczności okresowej, systematycznie przeprowadzanej kontroli granulacji śruty do badania za pomocą analizatora NIR.

Nie należy także rozdrabniać próbki ziarna przy użyciu innego egzemplarza nawet tego samego typu rozdrabniacza niż przypisany do danego egzemplarza analizatora NIR. Wskazane jest wykonanie sprawdzenia czy obydwa egzemplarze tego samego typu rozdrabniacza laboratoryjnego pozwalają na uzyskanie śruty o granulacji zbliżonej na tyle iż wyniki pomiaru, np. zawartości białka odczytane z tego samego analizatora NIR mogą być uznane za „identyczne", a nie tylko za „zgodne". Decyzję o możliwości stosowania rozdrabniacza podejmuje osoba odpowiedzialna za poprawność pracy kalibracji określonego analizatora NIR.

Można wymienić jeszcze wiele czynników mających istotny wpływ na pracę nie tylko proszkowego analizatora NIR, a wśród nich, m.in. sposób zasypywania próbki do komory pomiarowej i jej ułożenia i ubijania w komorze czy kuwecie (w zależności od sposobu wprowadzania próbki badanej do komory pomiarowej) oraz włączenie i rozgrzanie lampy urządzenia przez odpowiedni okres, zgodny z zaleceniami fabrycznej instrukcji obsługi danego analizatora NIR przed przystąpieniem do wykonania pomiaru.

Badania biegłości organizowane dla laboratoriów przy zakładach zbożowych i młynarskich dają możliwość porównania wyników oznaczania poszczególnych parametrów jakościowych danej partii ziarna pszenicy poprzez ocenę próbek, reprezentujących tę samą partię ziarna. A oznaczenie wykonywane jest w warunkach „praktyki przemysłowej", w których jak wcześniej wspomniano nie zawsze są spełnione wszystkie warunki „standardowe" użytkowania analizatora NIR, także te wskazane w instrukcjach producentów.

Liczba opadania

Na aktywność enzymów amylolitycznych zawartych w ziarnie i w mące wpływa wiele czynników, takich jak: odmiana pszenicy lub żyta, warunki pogodowe w trakcie wegetacji i zbioru ziarna, stan aktywności enzymatycznej ziarna, właściwe przyjęcie ziarna po zbiorze i warunki jego magazynowania, zabiegi, jakim poddano ziarno przed przemiałem czy warunki przechowywania mąki po przemiale. Poziom aktywności enzymów amylolitycznych zawartych w mące w dużym stopniu wpływa na jakość uzyskanego z niej pieczywa. W przemyśle zbożowo-młynarskim i piekarskim, przyjęto określanie stanu aktywności enzymów amylolitycznych poprzez oznaczanie m.in. liczby opadania. Wyróżnik ten

informuje pośrednio także o przydatności przechowalnianej ziarna [Rothkaehl 2000; Rani i in. 2001].

Metoda oceny aktywności enzymów amylolitycznych zwana „liczbą opadania" została opracowana przez Hagberga i Pertena w latach 60. XX wieku i szybko zyskała popularność z uwagi na krótki czas oczekiwania na wynik (10 – 15 minut łącznie z rozdrobnieniem próbki ziarna pszenicy czy żyta).

Metodyka oznaczania liczby opadania opisana jest w normie PN-EN ISO 3093:2010 Pszenica, żyto i mąki z nich uzyskane, pszenica durum i semolina – Oznaczanie liczby opadania metodą Hagberga-Pertena, a także normach AACC Method 56-81.03 i ICC 107/1:1995. Metoda ma zastosowanie do oceny ziarna pszenicy i żyta oraz mąki z nich uzyskanej, a także pszenicy durum i semoliny. W normie zaznaczono, że opisana metoda nie ma zastosowania do oznaczania niskich poziomów aktywności *alfa*-amylazy [Szafrańska i Rothkaehl 2011].

Liczba opadania odpowiada całkowitemu czasowi mierzonemu od uruchomienia mieszadła wiskozymetrycznego do jego opadnięcia na ustaloną odległość w uwodnionym kleiku, wytworzonym w probówce wiskozymetrycznej z podgrzanej mieszaniny mąki, śruty całoziarnowej lub semoliny i wody, podlegającemu upłynnieniu na skutek działania enzymu *alfa*-amylazy. Liczba opadania wyrażana jest w sekundach. Metodyka wykonania tego oznaczania wskazuje, że najniższa możliwa wartość liczby opadania to 61 sekund.

Oznaczanie liczby opadania wymaga posiadania specjalistycznego sprzętu laboratoryjnego. W skład aparatury do jej oznaczania wchodzi łaźnia wodna, czasomierz elektroniczny, mieszadło wiskozymetryczne, precyzyjne probówki wiskozymetryczne o określonych wymiarach oraz korki gumowe do probówek. Woda destylowana o temperaturze 22^{o}C ± 2^{o}C powinna być dozowana w ilości 25,0 ml ± 0,2 ml za pomocą dozownika automatycznego lub pipety [PN-EN ISO 3093:2010].

Do przygotowania próbki śruty do oznaczenia liczby opadania w ziarnie niezbędny jest rozdrabniacz laboratoryjny, młotkowy, wyposażony w sito o wielkości oczek 800 µm, pozwalający uzyskać śrutę całoziarnową o wielkości cząstek przesiewających się przez sita:

- o wielkości oczek 710 µm – w 100%,
- o wielkości oczek 500 µm – w 95 – 100% ,
- o wielkości oczek 210 – 200 µm – w 80% lub mniej.

Granulacja śruty uzyskiwanej w wyniku rozdrobnienia ziarna za pomocą rozdrabniacza powinna być okresowo kontrolowana z użyciem dobrze wymie-

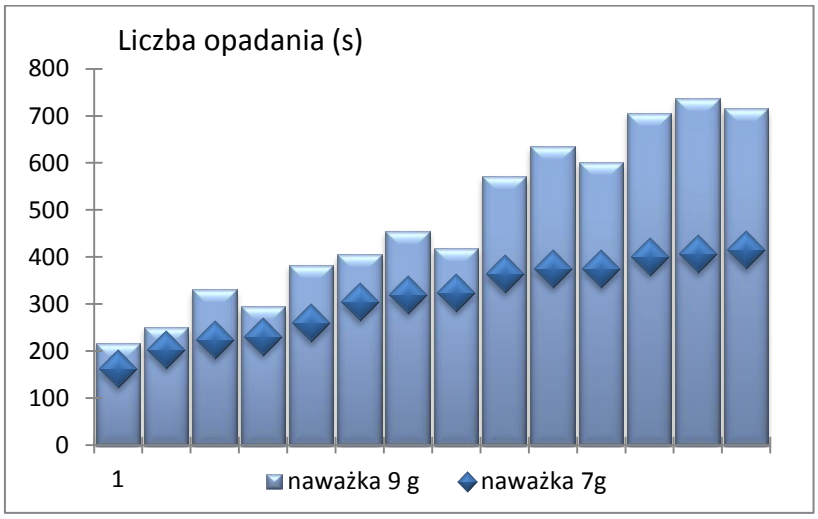
szanej próbki rozdrobnionego ziarna. Jest to niezwykle istotne, ponieważ wielkość cząstek rozdrobnionego ziarna może wpływać na wartość liczby opadania [Fredo i in. 2016; Rothkaehl i Majdak 1998]. Wskazane jest, aby próbki do badań nie zawierały zbryleń.

W normie PN-EN ISO 3093:2010 zalecane jest pobranie w sposób reprezentatywny próbki o masie 300 g do rozdrobnienia ziarna. Do rutynowych kontroli mogą być stosowane mniejsze próbki o masie ok. 200 g. W przypadku badania próbek o masie poniżej 200 g uzyskane wyniki mogą być obarczone błędami. Próbkę ziarna przed rozdrobnieniem, jeśli jest to konieczne, należy oczyścić w celu usunięcia zanieczyszczeń (np. kamieni, szkła, pyłu, łuski i ziaren innych zbóż) mogących prowadzić do uszkodzenia rozdrabniacza. Należy pamiętać, aby z masy ziarnowej, np. pszenicy nie wybierać zanieczyszczeń użytecznych, np. ziarna żyta, ponieważ zabieg ten powoduje zmiany wartości uzyskiwanych wyników. Należy zwrócić również uwagę na czas i warunki przechowywania próbki w laboratorium, które mogą w sposób istotny wpływać na wartości liczby opadania.

Wilgotność próbki do badań należy określić metodą suszarkową wg PN-EN ISO 712:2012. Dopuszczalne jest też wykorzystanie urządzeń bliskiej podczerwieni, pod warunkiem kalibracji aparatu w odniesieniu do normy PN-EN ISO 712:2012.

Masa próbki do badań ustalana jest na podstawie tabeli podanej w normie uwzględniającej różne poziomy wilgotności próbki, co zapewnia stały poziom zawartości suchej masy przy oznaczaniu liczby opadania. Norma PN-EN ISO 3093:2010 uwzględnia możliwość oznaczania liczby opadania przy zastosowaniu naważki o masie 7 g lub o masie 9 g (przy wilgotności 15%). Lepkość kleiku sporządzonego z 9 g mąki i 25 ml wody będzie większa niż z 7 g tej samej mąki i 25 ml wody, co w końcowym efekcie powoduje, że wartość liczby opadania tego samego badanego produktu przy większej naważce również będzie wyższa (rysunek I.5). Wymagania określone w Polskich Normach dotyczących mąki pszennej i żytniej oraz ziarna pszenicy i żyta, a także wymagania w kontraktach handlowych dotyczących ziarna pszenicy i żyta oraz w innego typu dokumentach (np. rozporządzeniach dotyczących skupu interwencyjnego Unii Europejskiej) podawane są w odniesieniu do wartości liczby opadania oznaczanej przy stosowaniu naważki analitycznej o „nominalnej masie 7 g przy wilgotności 15%”. Naważkę analityczną 9 g stosuje się jedynie w kontroli wewnętrznej danego zakładu (młyna lub piekarni) w przypadku konieczności większego zróżnicowania poziomu liczby opadania dwóch lub więcej partii materiału o bardzo

wysokiej aktywności *alfa*-amylazy (bardzo niski poziom liczby opadania). Zawsze przy wyniku badania liczby opadania uzyskanym przy 9 g naważce należy podać tę informację.



Rysunek I.5. Porównanie wartości liczby opadania przy zastosowaniu naważki 7 g i 9 g na podstawie pracy zrealizowanej w Centralnym Laboratorium Technologii Przetwórstwa i Przechowalnictwa Zbóż

W kolejnym etapie oznaczania liczby opadania do próbki do badań naważonej z dokładnością do 0,5 g umieszczonej w suchej probówce wiskozymetrycznej należy dodać 25 ml ± 0,2 ml wody destylowanej. Następnie zamkniętą szczelnie probówkę należy wstrząsać od 20 do 30 razy tak, aby uzyskać jednorodną zawiesinę. Często popełnianym błędem w trakcie przygotowania próbki do badań, wpływającym na uzyskiwanie końcowych wyników, jest niewłaściwe wymieszanie próbki lub pozostawienie części suchej mąki na dnie probówki. Bezpośrednio po wymieszaniu próbki probówkę należy umieścić we wrzącej łaźni wodnej, a następnie uruchomić głowicę mieszadła zgodnie z instrukcją producenta. Analiza jest zakończona w momencie opadnięcia mieszadła wiskozymetrycznego na dno probówki ze skleikowaną zawiesiną. Czas zarejestrowany na zegarze jest oznaczoną wartością liczby opadania. Czynności początkowe oznaczania liczby opadania od momentu dodania wody do mąki do umieszczenia probówki w łaźni wodnej, przy rutynowych badaniach wykonywanych przez wykwalifikowanego pracownika, nie powinny trwać dłużej niż 20 – 25 s. Wydłużenie tego czasu do 40 – 55 s powoduje otrzymanie wyższej wartości liczby opadania [Fredo i in. 2016; Rothkaehl i Majdak 1998].

Precyzja metody oznaczania liczby opadania określona w normie PN-EN ISO 3093:2010 jest zróżnicowana w zależności od rodzaju materiału poddawa-

nego badaniu (śruta pszenna całoziarnowa lub mąka). Poziom powtarzalności i odtwarzalności uzależniony jest od wartości liczby opadania (tabela I.22).

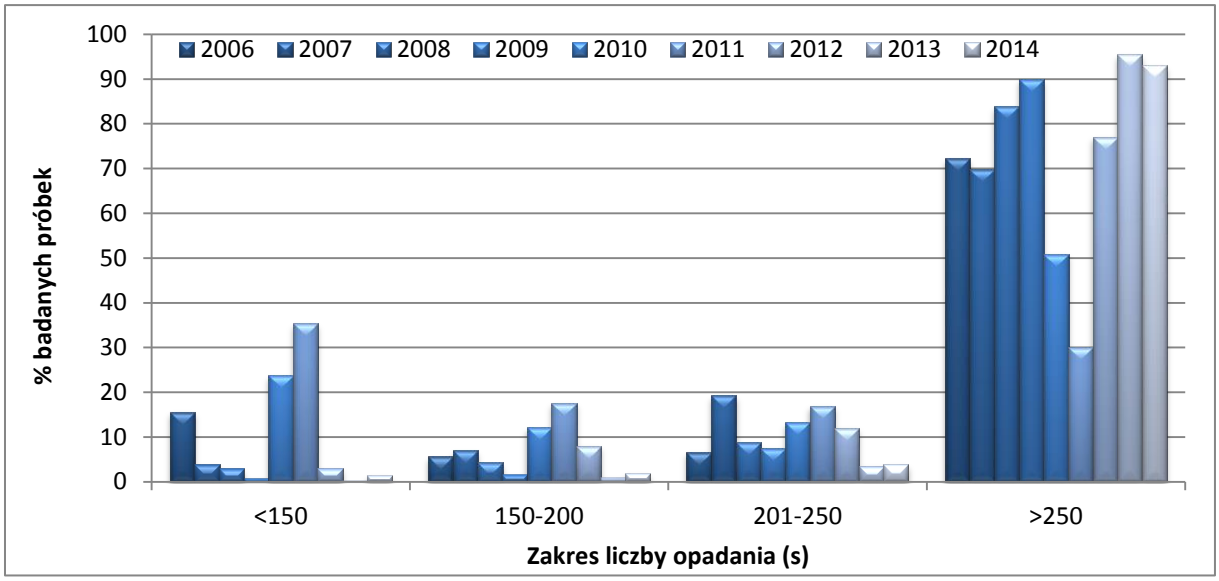
Na wynik oznaczania liczby opadania wpływa szereg czynników, do których na podstawie analizy wyników badań biegłości realizowanych przez ZPZiP IBPRS można wymienić, m.in. przyjmowanie wilgotności ziarna zamiast wilgotności śruty całoziarnowej do ustalania naważki do oznaczania liczby opadania. Należy pamiętać, że przy oznaczaniu wilgotności ziarna powinno się stosować rozdrabniacz laboratoryjny, który nie powoduje zagrzewania mlewa, a 100% uzyskanej śruty przesiewa się przez sito o wielkości nominalnej oczka 1,7 mm. W przypadku śruty do oznaczania liczby opadania należy zastosować rozdrabniacz laboratoryjny, który umożliwi uzyskanie drobnej, homogenicznej próbki śruty przesiewającej się w 100% przez sito o wielkości oczek 710 µm, ale jednocześnie powoduje obniżenie wilgotności od 1 do 2 punktów % w stosunku do wilgotności ziarna.

Tabela I.22. Precyzja metody oznaczania liczby opadania w ziarnie pszenicy wg PN-EN ISO 3093:2010

Wartości liczby opadania	Granica powtarzalności	Granica odtwarzalności
od 60 do 79	10	10
od 80 do 109	13	21
od 110 do 139	15	30
od 140 do 169	17	38
od 170 do 199	19	46
od 200 do 229	21	54
od 230 do 259	23	62
od 260 do 289	25	70
od 290 do 319	27	78
od 320 do 349	30	86
od 350 do 379	32	94
≥ 380	40	100

Poziom liczby opadania ziarna pszenicy zbieranego w Polsce wykazuje dużą zmienność zarówno w latach, jak i w rejonach uprawy. Warunki pogodowe w okresie wegetacji roślin i zbioru ziarna mają decydujący wpływ na poziom aktywności enzymatycznej zbieranego ziarna [Szafrańska i Rothkaehl 2011]. Do 2014 roku w Zakładzie Przetwórstwa Zbóż i Piekarstwa Instytutu Biotechnologii Przemysłu Rolno-Spożywczego (ZPZiP IBPRS) wykonywana była ocena jakości ziarna pszenicy ze zbiorów danego roku. Na rysunku I.6 przedstawiono

kształtowanie się udziału badanych próbek ziarna o wartościach liczby opadania w określonym zakresie [Rothkaehl 2015a]. Ziarno ze zbiorów 2009, 2013 i 2014 roku charakteryzowało się niską aktywnością enzymów amylolitycznych – ponad 90% badanych próbek wykazywało liczbę opadania większą niż 250 sekund. W tych latach problemem było znalezienie surowca o odpowiednim poziomie liczby opadania, gdyż wiele partii ziarna pszenicy charakteryzowało się liczbą opadania ponad 400 sekund. Znaczna część ziarna ze zbiorów 2010 i 2011 roku (odpowiednio 23 i 35% badanych próbek) charakteryzowała się natomiast wysoką aktywnością *alfa*-amylazy i liczbą opadania poniżej 150 sekund. W tych latach zakłady młynarskie miały więc problem z pozyskaniem ziarna o liczbie opadania powyżej 250 sekund – tego na rynku według badań ZPZiP IPBRS było odpowiednio 50% i 30% – a więc znacznie mniej niż w latach o korzystnym przebiegu warunków pogodowych w trakcie wegetacji i zbioru ziarna.



Rysunek I.6. Procentowy udział wszystkich badanych próbek wykazujących liczbę opadania w określonym zakresie wartości – ziarno ze zbiorów lat 2006 – 2014

W ziarnie pszenicy po zbiorze, już po umieszczeniu w magazynie, zachodzi proces tzw. dojrzewania pożniwnego, w trakcie którego następuje zakończenie syntezy złożonych substancji zapasowych (m.in. białko i skrobia) ze związków prostszych (aminokwasy, cukry proste) oraz przejście ziarna – jako organizmu żywego – w stan anabiozy [Szafrańska 2016]. W efekcie tych procesów obserwuje się poprawę wartości technologicznej ziarna pszenicy w aspekcie przydatności do produkcji pieczywa. Ulegają zmianie wartości wyróżników jakościowych charakteryzujących kompleks białkowy, a także obserwowane jest zmniejszania aktywności enzymów amylolitycznych, które wskazują na popra-

wę jakości ziarna jako surowca do produkcji mąki na cele wypiekowe. Badania realizowane w ZPZiP IBPRS w latach 2014 – 2015 wykazały, że liczba opadania ziarna wzrastała średnio o 32 s w trakcie 12 tygodni dojrzewania ziarna po zbiorze [Szafrańska 2016].

Ziarno pszenicy, w zależności od wartości liczby opadania, klasyfikuje się do czterech grup, różniących się pod względem aktywności amylolitycznej (tabela I.23).

Tabela I.23. Klasyfikacja aktywności *alfa*-amylazy ziarna pszenicy w zależności od poziomu liczby opadania [Jakubczyk i Haber 1983]

Liczba opadania	Aktywność *alfa*-amylazy
< 80 s	bardzo wysoka
90 – 150 s	wysoka
175 – 280 s	średnia
> 300 s	niska

Liczba opadania informuje o poziomie aktywności enzymów amylolitycznych zawartych w ziarnie oraz pośrednio o przydatności przechowalnianej ziarna. Liczba opadania ziarna poniżej 150 s wskazuje na wysoką aktywność enzymów amylolitycznych, która może być wynikiem porośnięcia ziarna. Uzyskany chleb będzie charakteryzował się małą objętością, płaskim bochenkiem, ciemnym miękiszem i często będzie z zakalcem, a także odstającą skórką. Tak niski poziom liczby opadania wskazuje również, że w ziarnie zachodzą intensywne procesy życiowe (m.in. oddychanie, w trakcie którego wydziela się ciepło i woda). Ziarno o niskiej liczbie opadania jest mniej odporne na zmiany warunków przechowywania, które mogą powodować niekorzystne procesy biochemiczne w masie ziarna.

Dlatego też liczba opadania jest parametrem jakościowym zawsze uwzględnianym w kontraktach handlowych przy skupie ziarna. Zgodnie z wymaganiami Rozporządzenia Komisji (WE) nr 687/2008 z dnia 18 lipca 2008 r. ustanawiającego procedury przejęcia zbóż przez agencje płatnicze lub agencje interwencyjne oraz metody analizy do oznaczania jakości zbóż, liczba opadania skupowanego ziarna pszenicy nie mogła być niższa niż 220 s.

Dla potrzeb planowanej do realizacji *Platformy żywnościowej* rekomendowane jest oznaczenie liczby opadania ziarna pszenicy, zarówno w laboratoriach przy magazynach autoryzowanych, jak i w laboratoriach odwoławczych, według metodyki określonej w normie PN-EN ISO 3093.

W Rozporządzeniu Delegowanym Komisji (UE) 2016/1238 z dnia 18 maja 2016 r. uzupełniającym Rozporządzenie Parlamentu Europejskiego i Rady (UE) nr 1308/2013 w odniesieniu do interwencji publicznej i dopłat do prywatnego przechowywania określone zostały kryteria kwalifikowalności dla zbóż.

Wymogi, o których mowa w art. 3, w odniesieniu do zbóż są w szczególności następujące:

a) zboża posiadają kolor typowy dla danych zbóż,
b) zboża są wolne od nietypowych zapachów i żywych szkodników (w tym roztoczy) niezależnie od ich stadium rozwoju,
c) zboża spełniają minimalne wymogi jakościowe określone w części II Załącznika nr I wskazanego wyżej Rozporządzenia,
d) poziomy zanieczyszczeń (w przypadku ziarna pszenicy określone na podstawie Rozporządzenia Rady (EWG) nr 315/93), w tym radioaktywności, nie przekraczają najwyższych dopuszczalnych poziomów określonych w Rozporządzeniu Komisji (WE) nr 1881/2006 z późniejszymi zmianami.

Ponadto pozostałości pestycydów nie powinny być wyższe niż poziom wskazany w Rozporządzeniu (WE) nr 396/2005 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 23 lutego 2005 r. w sprawie najwyższych dopuszczalnych poziomów pozostałości pestycydów w żywności i paszy pochodzenia roślinnego i zwierzęcego oraz na ich powierzchni, zmieniające dyrektywę Rady 91/414/EWG.

Państwa członkowskie kontrolują poziomy zanieczyszczeń, w tym radioaktywności, na podstawie analizy ryzyka z uwzględnieniem w szczególności informacji przedstawionych przez podmiot gospodarczy i jego zobowiązań dotyczących przestrzegania wymaganych norm, w szczególności w świetle wyników analiz.

Ponadto w przypadku gdy badania wykażą, że wskaźnik Zeleny'ego dla partii pszenicy zwyczajnej wynosi między 22 i 30, żeby uznać, iż pszenica ta jest solidnej, właściwej jakości handlowej, ciasto otrzymane z niej powinno być uznane za niekleiste i nadające się do obróbki maszynowej.

4. Metody próbobrania

Pobieranie próbek do oceny zgodności oferowanej partii ziarna pszenicy z wymaganiami jakościowymi określonymi w deklarowanym przez oferenta standardzie jakościowym ziarna pszenicy funkcjonującym w systemie *Platformy Żywnościowej* powinno być dokonywane zgodnie z określoną procedurą opracowaną dla potrzeb tego systemu. Procedura powinna zostać opracowana na

bazie istniejących opublikowanych norm opisujących metodykę i zasady pobierania próbek, a także powinna uwzględniać przykłady niezbędnych przyrządów służących do pobrania próbek, tak ręcznych, jak i automatycznych.

Konieczność opracowania odrębnej procedury pobierania próbek ziarna pszenicy dla potrzeb systemu *Platformy Żywnościowej* wynika z dwóch podstawowych przesłanek:

- z charakteru opublikowanych norm opisujących metodykę pobierania próbek oraz ich zakresu, tj. są one rodzajem przewodnika, w którym należy odnaleźć warunki i potrzebę pobierania próbek w określonej sytuacji oraz dotyczą pobierania próbek do oceny tylko określonych cech danej próbki,
- naturalnej bardzo dużej niejednorodności masy ziarnowej, która podlega próbkowaniu.

Ponadto, w partii ziarna pszenicy oceniamy cechy tzw. homogeniczne, np. zawartość białka czy wilgotność, które są „obecne" w każdym ziarnie pszenicy chociaż ich zawartość w poszczególnych ziarnach jest zróżnicowana**,** a także cechy niehomogeniczne, do których zaliczamy zawartość mikotoksyn czy metali ciężkich oraz zawartość poszczególnych grup zanieczyszczeń, takich jak np. ziarna niezdrowe czy ziarna połamane. Nie każde ziarno w danej partii pszenicy będzie „połamane" i nie każde będzie zawierało mikotoksyny. Ziarna z tymi defektami nie są rozłożone równomiernie w masie ziarnowej.

Ponadto, należy pamiętać, przewiduje się że na forum *Platformy Żywnościowej* mają być oferowane „większe partie ziarna tworzone z mniejszych" co sprzyja niejednorodności jakościowej danej partii ziarna. Należy zaznaczyć, że zboża są uprawiane w Polsce również w małych i średnich gospodarstwach na polach o stosunkowo małym areale. Niedostateczne jest także zużycie materiału siewnego kwalifikowanego co również nie jest czynnikiem sprzyjającym jednorodności jakościowej oferowanych na rynku partii ziarna zbóż, w tym także pszenicy.

Jako dokument normalizacyjny oraz regulację prawną określające metodykę pobierania próbek z partii ziarna zbóż, które należałoby wykorzystać „jako podstawową bazę" przy opracowywaniu procedury pobierania próbek dla systemu *Platformy Żywnościowej* należy uwzględnić wymienione poniżej:

- Rozporządzenie Komisji (WE) nr 401/2006 z dnia 23 lutego 2006 roku ustanawiające metody pobierania próbek i analizy do celów urzędowej kontroli poziomów mikotoksyn w środkach spożywczych (Dz.U. UE 2006, L70/12],

- normę PN-EN ISO 24333:2012 Ziarno zbóż i przetwory zbożowe – Pobieranie próbek.

Rozporządzenie nr 401/2006 jak wynika z jego tytułu zostało opracowane z myślą o kontrolach urzędowych, przy których czynnik czasu potrzebnego na wykonanie danej czynności nie odgrywa takiej roli jak w przypadku czynności wykonywanych w związku z zawieraniem transakcji komercyjnych w handlu ziarnem zbóż gdy czas postoju środków transportu przed wyładunkiem towaru odgrywa ogromna rolę. Według opinii ekspertów procedura opisana w tym rozporządzeniu jest zbyt pracochłonna i niemożliwa do stosowania w praktyce przemysłu zbożowego, młynarskiego czy paszowego. Stosowanie wyżej wymienionej procedury znacznie wydłuża czas postoju środków transportu, którymi dostarczane jest ziarno do miejsca przeznaczenia w oczekiwaniu na podjęcie decyzji czy ziarno będzie w ogóle rozładowywane. Stwierdzono przykładowo, że pobranie próbek zgodnie z tą procedurą ze statku o ładowności 5 tysięcy ton przez jednego próbobiorcę zajęłoby 5 dni. Jednakże jego zapisy, dotyczące pobierania próbek z partii ziarna zbóż, zwłaszcza tych o masie kilku tysięcy ton, mogą być wykorzystane przy opracowywaniu procedur pobierania próbek przeznaczonych do badania obecności substancji skażających.

Norma PN-EN ISO 24333:2012 opisuje metodykę i zasady pobierania próbek z danej partii ziarna zboża – statycznej lub w przepływie, przeznaczonych do badania w zakresie oceny:

- wybranych wyróżników jakościowych charakteryzujących wartość technologiczną i przechowalnianą danej partii ziarna – w tym zakresie są zarówno cechy homogeniczne, jak i niehomogeniczne ziarna pszenicy,
- obecności substancji niepożądanych, takich jak np. mikotoksyny, metale ciężkie i inne, w odniesieniu do których w regulacjach prawnych unijnych lub krajowych zostały uwzględnione wymagania w zakresie w dopuszczalnej maksymalnej ich zawartości.

Partie ziarna zboża luzem mogą być:

- statyczne – gdy ziarno jest w bezruchu, tj. znajduje się na skrzyni ciężarówki, na przyczepie do ciągnika, w wagonie kolejowym, w komorze magazynowej typu silos o różnej wielkości, w magazynie płaskim jako pryzma, w ładowni statku czy barki, na taśmie przenośnika poziomego,

- w przepływie – gdy ziarno jest w ruchu „zawieszone w powietrzu", tj. gdy zsypuje się grawitacyjnie lub jest przenoszone w strumieniu powietrza transportem pneumatycznym.

Wyniki badań porównawczych wykonanych przed opublikowaniem normy PN-EN ISO 24333:2012 opublikowane zostały jako raport techniczny ISO/TR 29263 Cereals and cereal products – Sampling studies [Ziarno zbóż i przetwory zbożowe – Badania dotyczące pobierania próbek]. Głównym wnioskiem z przeprowadzonych badań było stwierdzenie, że postępowanie zgodne z procedurami opisanymi w tej normie umożliwia uzyskanie takich samych wyników badania cech jakościowych w sporządzonej zgodnie z tymi procedurami próbce reprezentatywnej, tak w odniesieniu do cech niejednorodnych (na podstawie badania zawartości DON), jak i jednorodnych (na podstawie oceny zawartości białka i liczby opadania) ziarna pszenicy. Procedurę pobierania próbek wykonywano stosując różne warianty liczby próbek pierwotnych – od 25 do 100 – w przypadku wagonu kolejowego, ciężarówki, magazynu płaskiego i komory metalowej (silosu). Masa partii ziarna, z której pobierano próbki kształtowała się w zakresie od 10 ton (spotykane w transporcie „prosto z pola") do ponad 10 tys. ton (ładownie statków morskich).

Po opublikowaniu norma PN-EN ISO 24333:2012 zastąpiła istniejące uprzednio normy:

- ISO 13690:1999 Cereals, pulses and milled products – Sampling of static batches [Ziarno zbóż, nasiona roślin strączkowych i ich przetwory. Pobieranie próbek z partii statycznych]
- ISO 6644:2002 Flowing cereals and milled cereal products – Automatic sampling by mechanical means [Ziarno zbóż i przetwory zbożowe w przepływie – Pobieranie próbek za pomocą urządzeń mechanicznych]

Jej zakres stosowania w stosunku do powyższych norm został rozszerzony o możliwość pobierania próbek ziarna zbóż przeznaczonych także do oznaczania zawartości substancji skażających.

Użytkownik normy PN-EN ISO 24333:2012 musi jednak podejmować decyzje co do szczegółów stosowanej przez siebie procedury w odniesieniu do:

- liczby planowanych do pobrania próbek pierwotnych i ich masy,

- miejsc pobierania próbek pierwotnych ze środka transportu lub częstotliwość pobierania próbek w przypadku ich pobierania z produktu w przepływie,
- liczby sporządzanych wtórników próbek reprezentatywnych oraz ich masy uzależnionej rodzaju planowanych badań.

Dowolny jest także dobór przyrządów, którymi będzie przeprowadzone pobieranie próbek. Z doświadczenia wiadomo jednak, iż może to mieć wpływ na identyczność próbek reprezentatywnych sporządzanych z próbek pobranych z tej samej partii ziarna, np. w przypadku próbobierzy automatycznych ze stosunkowo długim rurowym transportem pneumatycznym pobranej próbki z miejsca jej pobrania do laboratorium. Stwierdzono znaczne różnice w uzyskiwanych wynikach w przypadku gdy jedno z laboratoriów pobierających próbki posiada system automatycznego rozdzielania próbek po długim przemieszczeniu pobranej próbki transportem pneumatycznym. Nie zawsze zapewnione jest wówczas dokładne wymieszanie próbki całkowitej po jej dostarczeniu do laboratorium przed jej podziałem. Zbyt silny strumień powietrza może być przyczyną rozsegregowania poszczególnych frakcji pobranej próbki co spowodować może różnice zwłaszcza w ocenie cech niehomogenicznych ziarna.

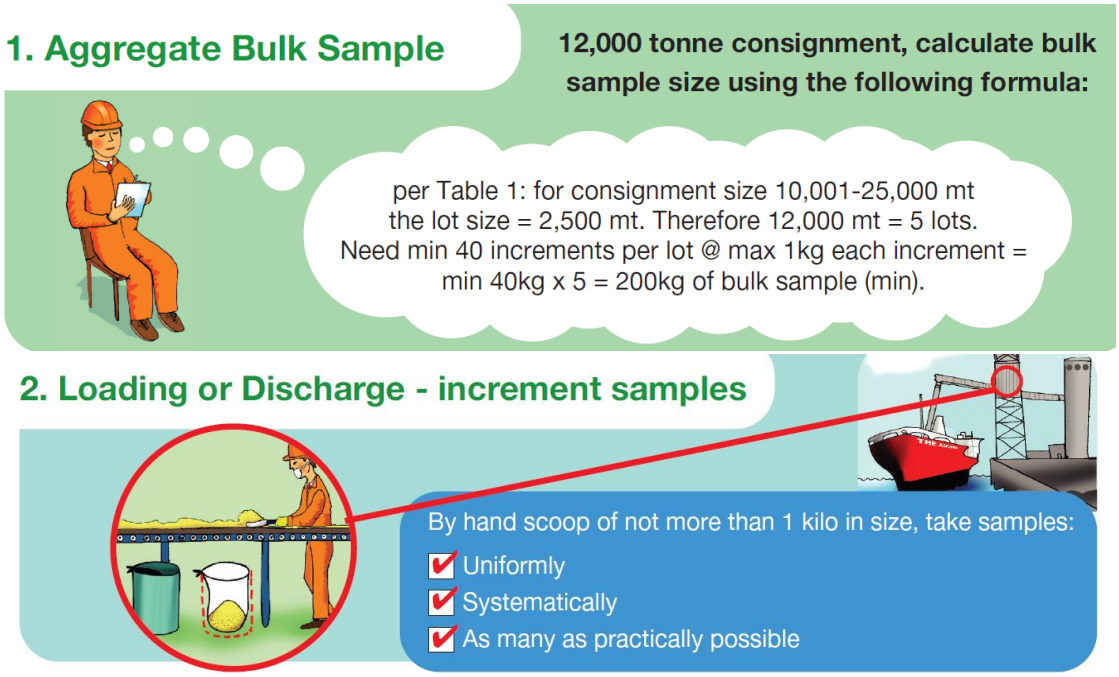
Można także skorzystać z niektórych zapisów wycofanej już z Katalogu Polskich Norm, opracowanej w 1970 roku normy PN-R-74010:1970 Ziarno zbóż i nasiona strączkowe jadalne – Pobieranie próbek. W tamtym okresie normy zawierały wiele zapisów o charakterze porad interpretujących poszczególne postanowienia normy, a także wskazówki szczegółowe dotyczące wykonania poszczególnych czynności. Były to zwykle informacje bardzo przydatne nie tylko dla początkujących pracowników. Pozwalały także unikać nieporozumień w interpretacji niektórych zapisów norm, co po przyjęciu ponad 20 lat temu przez organizacje normalizacyjne takie jak ISO czy CEN zasady unikania „zapisów podręcznikowych i szkoleniowych” w tekście opracowywanych nowych lub nowelizowanych norm zdarza się niestety coraz częściej.

Jako materiały pomocnicze do opracowania wyżej wymienionej procedury pobierania próbek na forum *Platformy Żywnościowej* mogą być wykorzystane również skrócone – niekiedy nawet w formie graficznej – instrukcje pobierania próbek pierwotnych i tworzenia próbki reprezentatywnej do badań jakościowych i w celu ewentualnego arbitrażu a funkcjonujące na potrzeby terminali zbożowych w innych krajach lub przy giełdach zbożowych takich jak Matif czy CBoT w Chicago, w których część – co prawda niewielka – opcji terminowych

jednak kończy się fizyczną dostawą ziarna. Oznacza to dostarczenie danej partii ziarna do określonego magazynu. Podczas przyjmowania partii ziarna do magazynu odbywa się pobieranie próbek, których badanie służy sprawdzeniu czy dana partia ziarna spełnia wymagania jakościowe określone w standardzie jakościowym danej giełdy. Przykładowy dokument to "Euronext instruction – Special rules and regulations governing the no. 2 milling wheat futures contract – MATIF delivery instructions – Applicable upon may 2018 delivery".

Instrukcje lub procedury pobierania próbek bardziej szczegółowe niż opisane w normie PN-EN ISO 24333:2012, opracowane są także przez organizacje takie jak: The Grain and Feed Trade Association GAFTA (Stowarzyszenie Handlu Ziarnem Zbóż i Paszami) oraz Grain Trade Australia GTA.

Wytyczne postępowania przy pobieraniu próbek z partii ziarna opracowane przez GAFTA są respektowane przez znakomitą większość firm handlowych z różnych krajów uczestniczących w handlu międzynarodowym. Takim dokumentem jest m.in. „GAFTA Sampling Rules – Sampling Guide", aktualizowany okresowo w miarę pojawiania się nowych problemów w zakresie oceny jakości ziarna, np. wprowadzania nowych wymagań zdrowotnych w przypadku mikotoksyn. Pokazane są w nim w formie graficznej, opatrzonych stosunkowo niewielką liczbą opisów, kolejne etapy postępowania przy pobieraniu próbek pierwotnych i tworzeniu próbki reprezentatywnej dla partii ziarna o określonej wielkości. Wskazana jest ich liczba oraz masa w zależności od wielkości próbkowanej partii ziarna, a także rodzaju planowanych badań laboratoryjnych.



Rysunek I.7. Schemat rysunkowy wyjaśniający postępowanie przy ręcznej metodzie pobierania próbek ziarna w przepływie przy rozładunku lub załadunku statku o ładowności 12 tys. ton (*źródło: „GAFTA Sampling Rules – Sampling Guide*)

W systemie *Platformy Żywnościowej* próbki będą pobierane z oferowanej partii ziarna pszenicy w celu wykonania w laboratorium przy magazynie autoryzowanym badań potwierdzających zgodność jej jakości z wymaganiami określonymi w standardzie jakościowym, przyjętym w tym systemie. Należy jednoznacznie określić zakres badań wykonywanych w laboratorium wymienionych w standardzie.

Wiadomo, że wymagania jakościowe w wyżej wymienionym standardzie będą się składały z dwóch grup, tj. wskaźników jakości technologicznej oraz wskaźników jakości zdrowotnej. W zakresie tej drugiej grupy wymagania określają regulacje prawne unijne lub krajowe – polskie. Ustalone w Rozporządzeniu Komisji nr 1881/2006 z późn. zm. najwyższe dopuszczalne poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych – mikotoksyn, metali ciężkich i wielu innych – obowiązują „wszystkich i zawsze” w przypadku dokonywania transakcji kupno-sprzedaż ziarna pszenicy na terenie całej UE, w tym także Polski. Odpowiedzialny za spełnienie tych wymagań jest „wprowadzający na rynek”. Metody ich oznaczania są skomplikowane pod względem aparaturowym i czasochłonne co oznacza, że nie można ich stosować w warunkach przyjęcia ziarna do magazynu, gdy wyniki oceny muszą być znane przed rozładowaniem środka transportu. Jedyny wyjątek stanowi możliwość oceny większości mikotoksyn przy użyciu tzw. szybkich testów paskowych.

W zakresie oceny tych wymagań w praktyce handlu ziarnem zbóż stosowane jest następujące rozwiązanie: sprzedający składa pisemne oświadczenie, iż dana partia ziarna spełnia wymagania określone w Rozporządzeniu Komisji nr 1881/2006, a w trakcie pobierania próbek tworzona jest dodatkowa próbka reprezentatywna dla danej partii. Próbka ta jest następnie przechowywana przez kupującego w celu przeprowadzenia badań arbitrażowych w przypadku powstania sporów po zawarciu dalszych transakcji handlowych, których przedmiotem jest ta partia ziarna. Niekiedy kupujący zamiast oświadczenia żąda przedstawienia wyników badań faktycznie wykonanych dla tej partii ziarna albo partii ziarna, której jest ona częścią. Tak się dzieje najczęściej w przypadku firm handlujących ziarnem zbóż lub przy zakupie dużych partii ziarna bezpośrednio od producentów rolnych.

Wyjątek stanowi oznaczanie zawartości niektórych mikotoksyn – najczęściej jest to DON – przy użyciu szybkich testów. Są one znacznie tańsze od me-

tod klasycznych i mogą być wykonane w czasie akceptowalnym przy dostawach ziarna do magazynów.

Laboratorium magazynu autoryzowanego powinno posiadać wyposażenie pozwalające na wykonanie badania wszystkich podstawowych wyróżników jakościowych uwzględnionych w standardach jakościowych. Liczba badanych próbek będzie większa lub mniejsza w zależności od podjętych ustaleń dotyczących sporządzania próbek zbiorczych, reprezentatywnych dla oferowanej partii ziarna.

Procedura pobierania próbek z określonej partii ziarna obejmuje następujące etapy:

- pobranie określonej liczby próbek pierwotnych;
- utworzenie próbki ogólnej poprzez połączenie próbek pierwotnych i jej homogenizację;
- redukowanie próbki ogólnej do próbki laboratoryjnej, które może obejmować również utworzenie wtórników próbki laboratoryjnej.

Należy ustalić czy próbka ogólna do badań laboratoryjnych ma zostać utworzona jedna dla całej partii ziarna oferowanej do sprzedaży w systemie *Platformy Żywnościowej* czy też zastosuje się jedno z następujących ustaleń:

- jedna próbka ogólna do badań tworzona dla każdej dostawy cząstkowej, tj. każdego środka transportu (wtedy ciężarówka z przyczepą traktowana jest jako dwa oddzielne środki transportu),
- jedna próbka ogólna do badań tworzona dla każdych, np. 25 (czy 50) ton masy dostarczanego ziarna, ale z zachowaniem zasady iż dostawy cząstkowe w ramach tej większej masy dostarczone w zbliżonym czasie nie mogą budzić – na podstawie ogólnego oglądu środka transportu oraz wstępnej oceny organoleptycznej ładunku – wątpliwości co do jednorodności dostarczonej partii ziarna. Sytuacja taka może mieć miejsce, np. jeśli w tym samym czasie dotrą do magazynu autoryzowanego dwie ciężarówki z ziarnem od jednego oferenta.

Do opracowania uszczegółowionej procedury pobierania próbek w systemie *Platformy Żywnościowej* muszą być ponadto podjęte decyzje dotyczące wspomnianej wcześniej kwestii składowania oferowanych partii ziarna:

1) każda w odrębnej przestrzeni magazynowej,
2) w jednej przestrzeni magazynowej wszystkie partie ziarna o tym samym deklarowanym standardzie jakościowym,

3) oba powyższe warianty przy zróżnicowaniu zależnym od wielkości oferowanej partii ziarna pszenicy.

W przypadku przyjęcia wariantów 2 lub 3 niezbędne będzie pobieranie próbek z partii ziarna wydawanej z magazynu autoryzowanego w celu wykonania badania potwierdzającego iż spełnia ona wymagania określone w standardzie jakościowym. Zapewne będą tego żądać kupujący, odbierający „ekwiwalent ilościowo-jakościowy" ziarna, a nie fizycznie tę samą partię ziarna pszenicy, która była przedmiotem oferty.

W przypadku magazynów płaskich, przy składowaniu partii ziarna w pryzmach lub w systemie sąsiekowym lub w silosach o wysokości składowanej masy ziarnowej mniejszej niż 6 m, nie będzie problemu z pobraniem próbek z partii ziarna przed jego załadowaniem na środek transportu. Natomiast w przypadku wykorzystania do składowania ziarna w systemie *Platformy Żywnościowej* elewatorów żelbetowych o wysokości 30 m, pobieranie próbek może być dokonane tylko „w przepływie" masy ziarnowej, przy jej przerzucie między komorami. Oznacza to poniesienie dodatkowych kosztów za zużytą energię elektryczną, a ponadto może spowodować powstanie dodatkowych uszkodzeń ziarna.

Po dokonaniu wyżej wymienionych ustaleń zasadniczych należy też rozpatrywać kwestię obowiązku zapewnienia przez właściciela autoryzowanego magazynu okresowych działań w zakresie:

- sprawdzania poprawności działania sprzętu do pobierania próbek i pozostałego sprzętu laboratoryjnego, wykorzystywanego w tym procesie, a także do badania jakości ziarna pszenicy,
- szkoleń pracowników pobierających próbki, a także wykonujących badania laboratoryjne.

5. Wyposażenie niezbędne do oceny jakości ziarna pszenicy w laboratorium przy magazynie

Wyposażenie laboratorium przy magazynie zbożowym powinno umożliwiać pobranie próbek do badań oraz wykonywanie oznaczeń pozwalających na określenie jakości ziarna dostarczanego do magazynu, uwzględnionego w wymaganiach jakościowych opracowanych na potrzeby realizacji *Platformy Żywnościowej.*

W normach czynnościowych, wskazanych w poprzednim rozdziale, określających metody oznaczania danego wyróżnika jakościowego, podano szczegó-

łowy wykaz aparatury laboratoryjnej niezbędnej do próbobrania oraz wykonania danego oznaczania oraz tryb postępowania przy wykonaniu oznaczania.

Próbobierze powinny być dostosowane do przewidywanej wielkości partii ziarna i środka transportu, z którego będą pobierane próbki oraz komór magazynowych. W tabeli I.24. przedstawiono podstawowy sprzęt laboratoryjny wykorzystywany do wykonywania badań wyróżników jakościowych stosowany w laboratoriach przy krajowych magazynach zbożowych.

Tabela I.24. Podstawowe wyposażenie laboratoryjne niezbędne do wykonywania oceny poszczególnych wyróżników jakościowych ziarna zbóż stosowane w laboratoriach przy krajowych magazynach zbożowych

Wyróżnik jakościowy	Potrzebny sprzęt laboratoryjny
Wilgotność ziarna	➢ Metodą wagową (suszarkową): rozdrabniacz laboratoryjny, spełniający wymagania w zakresie odpowiedniego rozdrobnienia próbki ziarna określone w normie PN-EN ISO 712; waga analityczna, suszarka ogrzewana elektrycznie z termoregulacją, naczynka wagowe, eksykator, ➢ wilgotnościomierz zbożowy elektryczny lub elektroniczny o I lub II klasie dokładności, ➢ analizatory NIR całoziarnowe, pracujące w zakresie bliskiej podczerwieni.
Gęstość ziarna w stanie zsypnym	➢ gęstościomierz do zboża (pojemnik pomiarowy 1 lub ¼ l) zgodny z wymaganiami określonymi w normie PN-EN ISO 7971-3; waga techniczna (do rozliczeń finansowych tylko urządzenia posiadające zatwierdzenie typu i legalizację – zgodnie z wymaganiami określonymi w rozporządzeniach Ministra Gospodarki oraz Ministra Rozwoju i Finansów), ➢ inne gęstościomierze, wbudowane w wilgotnościomierze elektryczne lub analizatora NIR – jeżeli była w odniesieniu do nich przeprowadzona przez GUM procedura zatwierdzenie typu – inaczej mogą być tylko stosowane do pomiaru orientacyjnego; wyniki nie mogą być stosowane przy rozliczeniach finansowych.
Zawartość zanieczyszczeń w ziarnie	➢ waga analityczna, ➢ rozdzielacz próbek, ➢ zestaw sit o odpowiednich wielkościach.
Liczba opadania	➢ rozdrabniacz laboratoryjny spełniający wymagania odpowiedniego stopnia rozdrobnienia, zestaw sit o odpowiednich wielkościach nominalnych oczka umożliwiających sprawdzenia granulacji śruty, ➢ waga techniczna, ➢ aparat do oznaczania liczby opadania (z mieszaniem ręcznym lub automatycznym) z mieszadłem o znormalizowanych wymiarach i kształcie, ➢ probówki reakcyjne wraz ze statywem, ➢ woda destylowana

Wyróżnik jakościowy	Potrzebny sprzęt laboratoryjny
	➢ dozownik lub pipeta umożliwiające dozowanie określonej ilości wody destylowanej.
Ilość i jakość glutenu	➢ metodą ręcznego wymywania: - rozdrabniacz laboratoryjny spełniający wymagania odpowiedniego stopnia rozdrobnienia, - waga techniczna, - sita o wielkości nominalnej oczka 230 µm i 1 mm, - dwie płytki szklane matowe, - termostat, - moździerz, - płytki szklane do oznaczania rozpływalności (zlewka, płytki petriego), ➢ metodą wymywania mechanicznego: - urządzenie typu Glutomatic wraz z dozownikiem chlorku sodu, zestawem sit o odpowiedniej wielkości oczek, wirówką do osuszenia glutenu, - rozdrabniacz laboratoryjny spełniający wymagania odpowiedniego stopnia rozdrobnienia, - zestaw sit do sprawdzenia granulacji śruty, - waga techniczna, - woda destylowana, - chlorek sodu, - kolba miarowa o pojemności 1 l lub 2 l, ➢ za pomocą analizatora NIR: - przy urządzeniu typu proszkowego – rozdrabniacz laboratoryjny spełniający wymagania odpowiedniego stopnia rozdrobnienia.
Zawartość białka	➢ za pomocą analizatora NIR: - przy urządzeniu typu proszkowego – rozdrabniacz laboratoryjny spełniający wymagania odpowiedniego stopnia rozdrobnienia,
Wskaźnik sedymentacyjny Zeleny'ego	➢ za pomocą analizatora NIR: - przy urządzeniu typu proszkowego – rozdrabniacz laboratoryjny spełniający wymagania odpowiedniego stopnia rozdrobnienia.
Ocena organoleptyczna ziarna	➢ odpowiednie stanowisko zapewniające środowisko obojętne pod względem oddziaływania zapachów i światła barwnego, dostęp do płaskiej, gładkiej powierzchni o jednolitej jasnej barwie ➢ lupa – powiększenie 10x;
Oznaczanie obecności DON	➢ metoda szybka, orientacyjna z wykorzystaniem testów paskowych

W Rozporządzeniu Ministra Rozwoju i Finansów z dnia 13 kwietnia 2017 roku w sprawie rodzajów przyrządów pomiarowych podlegających prawnej kontroli metrologicznej oraz zakresu tej kontroli [Dz. U. 2017, poz. 885] podano wykaz przyrządów pomiarowych podlegających legalizacji. Spośród przy-

rządów pomiarowych stosowanych w laboratoriach zakładów zbożowych obowiązek legalizacji dotyczy wag różnego typu, odważników oraz gęstościomierzy zbożowych użytkowych z pojemnikami pomiarowymi 1 L i ¼ L. Okres ważności legalizacji gęstościomierzy zbożowych użytkowych wynosi 2 lata licząc od dnia pierwszego stycznia roku następującego po roku, w którym legalizacja została dokonana. Dowodem legalizacji gęstościomierzy zbożowych użytkowych jest cecha legalizacji lub świadectwo legalizacji. Okres ważności legalizacji ponownej wag nieautomatycznych i automatycznych wynosi 25 miesięcy licząc od pierwszego dnia tego miesiąca, w którym legalizacja została dokonana (z wyjątkiem wag automatycznych wagonowych, których okres ważności legalizacji ponownej wynosi 13 miesięcy). Dowodem legalizacji ponownej wag nieautomatycznych i automatycznych jest cecha legalizacji albo cecha legalizacji i świadectwo legalizacji ponownej.

Przy zakupie przyrządów pomiarowych, które podlegają zgodnie z polskimi regulacjami prawnymi przepisom prawnej kontroli metrologicznej, a zostały wyprodukowane poza Polską, że o ich dopuszczeniu do stosowania w Polsce musi zadecydować Prezes GUM, co określają zapisy ustawy z dnia 11 maja 2001 roku Prawo o miarach [Dz. U. z 2018 r. poz. 376 – opublikowany tekst jednolity ustawy].

W każdym laboratorium na stanowiskach oznaczania poszczególnych wyróżników jakościowych powinny znaleźć się również materiały pomocnicze, tj. różnego rodzaju metalowe łopatki, szufelki, łyżki, tacki do naważania próbek śruty do oznaczania liczby opadania czy ilości i jakości glutenu (możliwie z powłoką antystatyczną), pieluchy tetrowe do osuszania, szczotki do czyszczenia szkła laboratoryjnego, pędzle do młynków laboratoryjnych itp. Laboratorium powinno posiadać również pudełka lub torebki foliowe (koperty bezpieczne), które zabezpieczają pobraną do badań próbkę ziarna przed czynnikami zewnętrznymi i umożliwiają jej przechowywanie.

Przy korzystaniu ze wszystkich urządzeń należy bezwzględnie stosować się do instrukcji producenta i przestrzegać wskazanych w nich procedur użytkowania. W przypadku użytkowania wilgotnościomierzy należy stosować się do następujących zaleceń:

- wilgotnościomierz może obsługiwać tylko osoba odpowiednio przeszkolona, która zapoznana została z zasadami obsługi (instrukcja obsługi opracowana przez producenta danego urządzenia),
- wilgotnościomierz powinien stać na poziomym, stabilnym podłożu,

- temperatury ziarna, aparatu i otoczenia powinny być zbliżone (najlepiej aby różnice były nie większe niż 5˚C). Zakres temperatury otoczenia, w której wilgotnościomierz może być użytkowany, to od 5˚C do 40˚C,
- należy ograniczyć oddziaływanie czynników takich jak: powiew powietrza (przeciągi naturalne i wymuszone przepływy powietrza), bezpośrednie światło słoneczne, źródła promieniowania elektromagnetycznego,
- ziarno wsypywane do wilgotnościomierza powinno być czyste, gdyż zanieczyszczenia takie jak: kamienie, pyły, chwasty, nasiona, plewy, części kłosa itp. mogą obniżyć dokładność pomiaru. Jednak badana próbka – stosowana do pomiaru wilgotności – powinna być identyczna pod względem jakości, w tym i czystości, z jakością jaką wykazuje masa ziarnowa, którą próbka reprezentuje,
- do komory pomiarowej wilgotnościomierza należy wsypywać próbkę ziarna o odpowiednio dużej masie, zgodnej z wymaganiami producenta,
- należy pamiętać, że w sytuacji gdy ziarno jest suchsze na zewnątrz niż wewnątrz (co może się zdarzać w czasie zbiorów na skutek działania wiatru i słońca, a na pewno takie zjawisko obserwuje się bezpośrednio po suszeniu termicznym ziarna) wilgotnościomierz może wskazywać zaniżony poziom wilgotności. Po kilkudniowym leżakowaniu, gdy wilgotność ziarna w jego całej masie ulegnie wyrównaniu, wilgotnościomierz wykaże wilgotność ziarna wyższą, bardziej zbliżoną do wyniku uzyskanego metodą suszarkową. Analogicznie, przy nawilżeniu powierzchniowym ziarna (np. w efekcie deszczu), wilgotnościomierz może zawyżać rzeczywistą wilgotność ziarna, oznaczoną metodą referencyjną,
- nie należy przesuwać ani poruszać wilgotnościomierza w trakcie wykonywania pomiaru,
- wykonując badanie wilgotności ziarna za pomocą wilgotnościomierza elektrycznego postępować zgodnie z poleceniami pojawiającymi się na wyświetlaczu aparatu,
- należy pamiętać o wymianie baterii (lub akumulatorka), jeżeli aparat wyświetla przypominający o tym komunikat, albo jak w przypadku niektórych wilgotnościomierzy należy użytkować urządzenie podłączone do prądu,
- użytkownik powinien sam wyrywkowo sprawdzić wskazania wilgotnościomierza z użyciem ziarna z nowych zbiorów, gdy tylko pojawiają się pierwsze dostawy, gdyż podczas atestacji wykonywanej przez jednostkę zewnętrzną w miesiącach, np. marzec – lipiec danego roku wilgotnościomierz sprawdzany jest z użyciem próbek ziarna ze zbiorów roku poprzedniego. W przypadku

zbyt dużych różnic w wynikach badania wilgotności kilku (najlepiej co najmniej 5 próbek o różnej wilgotności) próbek ziarna metodą suszarkową i za pomocą wilgotnościomierza, należy wprowadzić poprawkę zgodnie z uzyskanymi wynikami,

- oznaczając metodą suszarkową wilgotność ziarna należy pamiętać, że ważną czynnością jest właściwe rozdrobnienie próbek ziarna przed oznaczeniem wilgotności. Jeżeli będzie używany nieodpowiedni rozdrabniacz laboratoryjny, próbka może być osuszona i uzyskana wilgotność będzie niższa niż rzeczywista,
- jeżeli użytkownik zauważy błędy w pracy wilgotnościomierza powinien skontaktować się niezwłocznie z serwisem lub jeżeli są to udokumentowane wyniki porównawcze, które wskazują, że różnice pomiędzy wynikami oznaczania za pomocą wilgotnościomierza i metodą suszarkową, przekraczają dopuszczalne błędy, wskazane jest dostarczenie wilgotnościomierza do niezależnej jednostki zewnętrznej, gdzie dokonana zostanie niezbędna korekta programu,
- wykonywać okresowe przeglądy wilgotnościomierzy w serwisie producenta oraz każdorazowo w przypadku stwierdzenia wystąpienia nieprawidłowości w działaniu urządzenia.

Do najważniejszych warunków prawidłowej eksploatacji analizatora NIR należy zaliczyć:

- wyposażenie analizatora w prawidłowe kalibracje oraz ich okresowe i bieżące (codzienne) sprawdzanie przy użyciu próbek ziarna z oznaczonymi odpowiednią metodą referencyjną parametrami,
- wykonywanie pomiarów przy stosowaniu odpowiednio przygotowanych próbek ziarna, tj. oczyszczonych z grubych zanieczyszczeń, o temperaturze zbliżonej do temperatury analizatora NIR, oraz rozdrobnionych na odpowiednim rozdrabniaczu laboratoryjnym, jeżeli jest to analizator NIR tzw. proszkowy itp.,
- odpowiednie przygotowanie analizatora do wykonania określonego pomiaru, np. pierwszego w danym dniu, pierwszego po dłuższej przerwie w danym dniu,
- podłączenie do linii energetycznej o stabilnym napięciu i natężeniu prądu,
- umieszczenie analizatora NIR na stabilnej, poziomej powierzchni w pomieszczeniu, które zapewni odpowiednie warunki jego otoczenia, zwłaszcza w zakresie: temperatury (poziom i bez zmian skokowych) i wilgotności

względnej, bez oddziaływania promieniowania elektromagnetycznego oraz silnego przepływu powietrza, a także bez bezpośredniego oddziaływania światła słonecznego,

- utrzymywanie analizatora NIR w czystości oraz dokonywanie okresowych (w zależności od intensywności wykonywanych oznaczeń) przeglądów technicznych.

Wskazane jest, aby laboratorium dokonywało bieżących sprawdzań wszystkich urządzeń, zgodnie z zapisami odpowiednich norm czynnościowych oraz w instrukcjach producenta. W przypadku analizatorów NIR i wilgotnościomierzy zbożowych zalecane jest regularne sprawdzanie (minimum jeden raz w roku) przez niezależną jednostkę zewnętrzną, posiadającą odpowiednie kompetencje i doświadczenie w atestacji urządzeń różnego typu (m.in. powinna posiadać akredytowane metody oznaczania wyróżników jakościowych ziarna będących przedmiotem sprawdzania). Sprawdzanie wskazań urządzeń powinno odbywać się przy użyciu próbek ziarna z oznaczonymi metodami referencyjnymi wartościami poszczególnych wyróżników jakościowych. Potwierdzenie poprawności działania analizatora NIR i wilgotnościomierza zbożowego powinno zostać udokumentowane uzyskaniem „atestu" lub „certyfikatu".

Kontrola pracy urządzeń może być przeprowadzana również w ramach uczestnictwa w badaniach międzylaboratoryjnych (badań biegłości). Uczestnictwo w badaniach międzylaboratoryjnych umożliwia uzyskanie potwierdzenia prawidłowego stosowania metod znormalizowanych oraz prawidłowego działania sprzętu laboratoryjnego, a także zwiększenie profesjonalizmu personelu laboratorium. Udział w badaniach biegłości umożliwia wykorzystanie próbek przekazanych do badań jako „niecertyfikowanego materiału referencyjnego" stosowanego do bieżącej, codziennej kontroli wskazań analizatorów NIR w zakresie zawartości białka.

6. Opakowanie

Rozdział ten nie dotyczy ziarna zbóż, ponieważ w systemie *Platformy Żywnościowej* ziarno będzie przechowywane luzem w sposób zapewniający ochronę ziarna przed skażeniem i obniżeniem cech jakościowych. Transport ziarna do magazynów będzie dokonywany głównie za pomocą samochodów specjalistycznych. Jednocześnie dopuszcza się – w przypadku posiadania odpowiedniego wyposażenia technicznego przez autoryzowany magazyn zbożowy –

transport przy użyciu wagonów kolejowych i barek dostosowanych do transportu ziarna.

W systemie *Platformy żywnościowej* będzie odbywał się handel ziarnem pszenicy przeznaczonym do przetwórstwa na cele konsumpcyjne i na cele paszowe. W obu przypadkach, jednostki prowadzące działalność w tym zakresie są jednostkami „biznesu żywnościowego", zobowiązanymi zgodnie z art. 5 Rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 852/2004 z dn. 29 kwietnia 2004 r. w sprawie higieny środków spożywczych, do wdrożenia systemu zapewnienia bezpieczeństwa zdrowotnego żywności w oparciu o zasady systemu HACCP.

W świetle powyższego, magazyny zbożowe autoryzowane dla potrzeb *Platformy żywnościowej* muszą mieć wdrożony system HACCP, zgodnie z wymaganiami Rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 852/2004, a także w celu potwierdzenia kompetencji danego magazynu do przechowywania ziarna zgodnie z GMP.

7. Znakowanie

Znakowanie produktu – partii ziarna pszenicy będącej przedmiotem transakcji na forum *Platformy Żywnościowej*, przy założeniu, że przyjęte zostaną następujące ustalenia:

- przedmiotem handlu będzie partia ziarna pszenicy zwyczajnej o jakości spełniającej wymagania określone w jednym z trzech standardów jakościowych:
  - A – pszenica jakościowa,
  - B – pszenica chlebowa,
  - C – pszenica paszowa (lub proponowana nazwa „pszenica pozostała"),
- minimalna wielkość partii ziarna pszenicy będącej przedmiotem transakcji to 25 ton, co oznacza, iż wielkość każdej partii ziarna można określić jako „n *x* 25 ton" i ustalone zostaną też aprobowane odchylenia od tej masy, których poziom powinien wynikać m.in. z uchybień ważenia, a także z tolerancji w tym zakresie stosowanej w naszym kraju w praktyce przemysłu zbożowego, młynarskiego i paszowego. W praktyce, zgodnie z informacjami uzyskanymi w firmach prowadzących handel ziarnem zbóż, wymagania w zakresie tolerancji masy ziarna będącej przedmiotem umowy, zawarte są w jej treści. Najczęściej ustalane są na poziomie 0,2% masy, przy uwzględ-

nianiu jednocześnie dokładności ważenia na wagach samochodowych, zgodnie z dokładnością ważenia podaną w świadectwie legalizacji, jako ± 20 kg.

Magazyn autoryzowany musi oznakować wyodrębnioną część swojej powierzchni składowej, w której istnieje możliwość – jednoznacznego i widocznego – trwałego oznakowania (cyfrowego lub literowego albo łączącego te symbole) poszczególnych przestrzeni magazynowych pustych i po zasypaniu ich ziarnem pszenicy, tj.:

- poszczególnych komór w magazynach komorowych takich jak silosy metalowe i elewatorach żelbetowych,
- poszczególnych pryzm lub sąsieków w magazynach płaskich (podłogowych).

W sterowni (w punkcie zarządzania magazynem) powinien znajdować się plan magazynu z wyżej wymienionym oznakowaniem dotyczącym części wydzielonej na potrzeby składowania dla potrzeb systemu *Platformy Żywnościowej* i stanowiących jej poszczególne przestrzenie składowe. Plan magazynu należy umieścić w miejscu widocznym dla obsługi magazynu, a także osób przeprowadzających niezbędne kontrole. Powinna być łatwa możliwość umieszczania na poszczególnych przestrzeniach składowych informacji o aktualnie składowanych w niej partiach ziarna z możliwością szybkiej zmiany tej informacji po opróżnieniu komory i jej powtórnym zapełnieniu. W przypadku składowania zbiorczego małych partii ziarna w jednej przestrzeni magazynowej powinna być ścisła ewidencja kolejnych partii ziarna umieszczanych w danej przestrzeni magazynowej oraz z niej wydawanych.

Najbardziej wskazany byłby pracujący w wersji elektronicznej system zarządzania przestrzeniami magazynowymi, mający możliwość wyświetlenia planu magazynu także na ekranie dużego formatu, łatwym do śledzenia przez wszystkie osoby uczestniczące w obsłudze magazynu.

Niezbędne jest bardzo wyraźne wyróżnienie przestrzeni magazynowych, w których będą składowane partie ziarna o określonym standardzie jakościowym. Standard jakościowy będzie deklarowany przez oferenta w składanej ofercie i weryfikowany poprzez wyniki badań dokonanych w laboratorium przy magazynie autoryzowanym próbki reprezentatywnej, sporządzonej w efekcie próbobrania dotyczącego danej partii ziarna znajdującej się na środku transportu. Przyjęcie fizyczne partii ziarna do magazynu może nastąpić dopiero po zwe-

ryfikowaniu, że dana partia ziarna (całkowita lub cząstkowa) spełnia wszystkie wymagania jakościowe określone w deklarowanym dla danej partii ziarna standardzie.

Oznakowanie poszczególnych partii ziarna będzie ustalane w momencie składania oferty przez jednostkę sprzedającą. Oferta powinna być składana na określonym formularzu – najlepiej w wersji elektronicznej – który będzie zawierał odpowiednie rubryki. Ich wypełnienie przez oferenta powinno automatycznie utworzyć kod oznakowania danej partii ziarna. W zależności od podjętych ustaleń kod ten powinien zawierać następujące informacje w poniższej kolejności:

- nazwę produktu – ziarno pszenicy,
- standard jakościowy ziarna pszenicy – jeden z trzech proponowanych w postaci symbolu z podstawową informacją wyróżniającą tę klasę jakościową, np. „A – białko ponad 14,5”,
- masę oferowanej partii ziarna w tonach albo jako **„n *x* 25 ton”,**
- nazwę oferenta – do ustalenia czy ma to być nazwa i miejscowość oferenta czy też symbol nadany jednostce, która uzyskała prawo składania ofert (kupna lub sprzedaży) i jest wpisana na listę uczestników *Platformy Żywnościowej*,
- datę złożenia oferty lub określenie daty przetargu, którego ma być przedmiotem.

Jest to oczywiście tylko propozycja oznakowania oferowanej partii ziarna. Oznakowanie nie może być zbyt długie bo to stwarza więcej możliwości popełnienia błędów przez uczestników całego systemu, tj. składających oferty kupna i sprzedaży, a także personel magazynów.

8. Warunki przechowywania

Organizacja systemu przechowywania ziarna zbóż jest bardzo ważna z powodu różnej wielkości stosowanych obiektów magazynowych. Składowanie lub przechowywania dużych ilości ziarna może stwarzać problemy praktyczne i logistyczne. Obecnie na całym świecie, a często i w tym samym kraju istnieją różne systemy przechowywania o różnej konstrukcji oraz poziomie techniki.

Zasadniczym celem przechowywania ziarna, jest zachowanie niezbędnych własności ziarna przeznaczonego do konsumpcji, na paszę czy też jako materiał siewny, takich jak:

- określonego poziomu aktywności enzymatycznej, zwłaszcza α-amylazy, w przypadku ziarna zbóż przeznaczonego na cele chlebowe,
- pierwotnej struktury różnych składników białkowych, np. decydujących o reologicznych właściwościach ciasta,
- zdolności kiełkowania i energii kiełkowania, które powinny być zachowane na bardzo wysokim poziomie w przypadku materiału siewnego i jęczmienia browarnego.

Wymagania te wykluczają wszelką intensywną obróbkę termiczną, taką jak sterylizacja termiczna, która denaturuje białko i ograniczają stosowanie systemów suszenia w wysokiej temperaturze.

W przypadku przeznaczenia ziarna do żywienia ludzi lub zwierząt niezbędne jest utrzymanie jego wartości żywieniowej (składników odżywczych, wartości odżywczej) na najwyższym możliwym poziomie. Niezbędne jest także zabezpieczenie higieniczne produktu przed wszelkimi możliwymi substancjami toksycznymi i pozostałościami pestycydów.

Przechowywanie i konserwacja ziarna zbóż

Niezależnie od stopnia dojrzałości, wilgotności oraz temperatury, ziarno zbóż przechowywane w masie pozostaje żywym organizmem, w którym przebiegają procesy życiowe związane z przemianą materii. W procesie dojrzewania zebranego ziarna następują procesy przemiany cukrów w skrobię i związany z tym ubytek wody (pocenie się ziarna). Właściwe przechowywanie i konserwacja ziarna w tym okresie umożliwia obniżenie jego strat jakościowych i ilościowych. Intensywność procesów życiowych zachodzących w przechowywanym ziarnie zależy od wilgotności i temperatury ziarna. Wraz ze wzrostem temperatury i wilgotności ziarna następuje wzrost intensywności procesów życiowych. W ziarnie o zwiększonej wilgotności następuje wzrost aktywności jego oddychania poprzez uaktywnienie enzymów powodujących rozkład substancji zapasowych (węglowodanów, szczególnie skrobi oraz tłuszczu), z jednoczesnym wydzielaniem między innymi dwutlenku węgla, pary wodnej oraz energii cieplnej (2830 kJ na gramocząsteczkę glukozy). Proces ten narasta w czasie, powodując zwiększenie wilgotności i temperatury ziarna. Proces ten nazywany jest procesem samozagrzewania ziarna. W trakcie tego procesu następuje nieodwracalny ubytek masy ziarna oraz wraz ze wzrostem temperatury rozwój bakterii i pleśni z jednoczesnym obniżeniem wartości technologicznej i zdrowotnej ziarna [Jankowski 1958; Jurga 1994].

Temperatura powyżej 30°C sprzyja rozwojowi pleśni, powodujących powstawanie w ziarnie charakterystycznego zapachu stęchłego. Gdy tlen w przestrzeniach międzyziarnowych zostanie zużyty na oddychanie ziarna i rozwój pleśni, rozpoczynają się procesy fermentacji beztlenowej, powodujące powstanie zapachu fermentacyjnego ziarna. Ziarno w wyniku procesu fermentacji ma typowo kwaśno-słodki, alkoholowy zapach i wykazuje inne zmiany, które powodują, że jest nieprzydatne do konsumpcji, lecz może zostać wykorzystane na pasze. W krańcowych przypadkach ziarno zagrzewające się do temperatury 50 – 60°C, posiada silny zapach pleśni i stęchlizny, ciemnieje, traci zdolność i energię kiełkowania, zaś białka ulegają denaturacji. Ziarno takie nie nadaje się do konsumpcji, ani na paszę, może być użyte tylko do produkcji spirytusu [Tkaczyk 1980].

Zjawisko oddychania jest naturalnym procesem zachodzącym w przechowywanym ziarnie i jeśli ziarno jest suche, proces ten przebiega w wolnym tempie. Ziarno należy tak konserwować, aby nie nastąpiło znaczące przyspieszenie tempa tego procesu, ponieważ wówczas nie będzie nadawało się do dalszego przechowywania.

Ziarno zbóż zbierane kombajnem powinno nie zawierać zanieczyszczeń lub należy je bezpośrednio po zbiorze poddać zabiegowi czyszczenia. Spowodować to może obniżenie całkowitej wilgotności masy ziarnowej nawet o 3%, co ma korzystny wpływ na jakość ziarna. Uzyskuje się również obniżenie kosztów związanych z suszeniem ziarna.

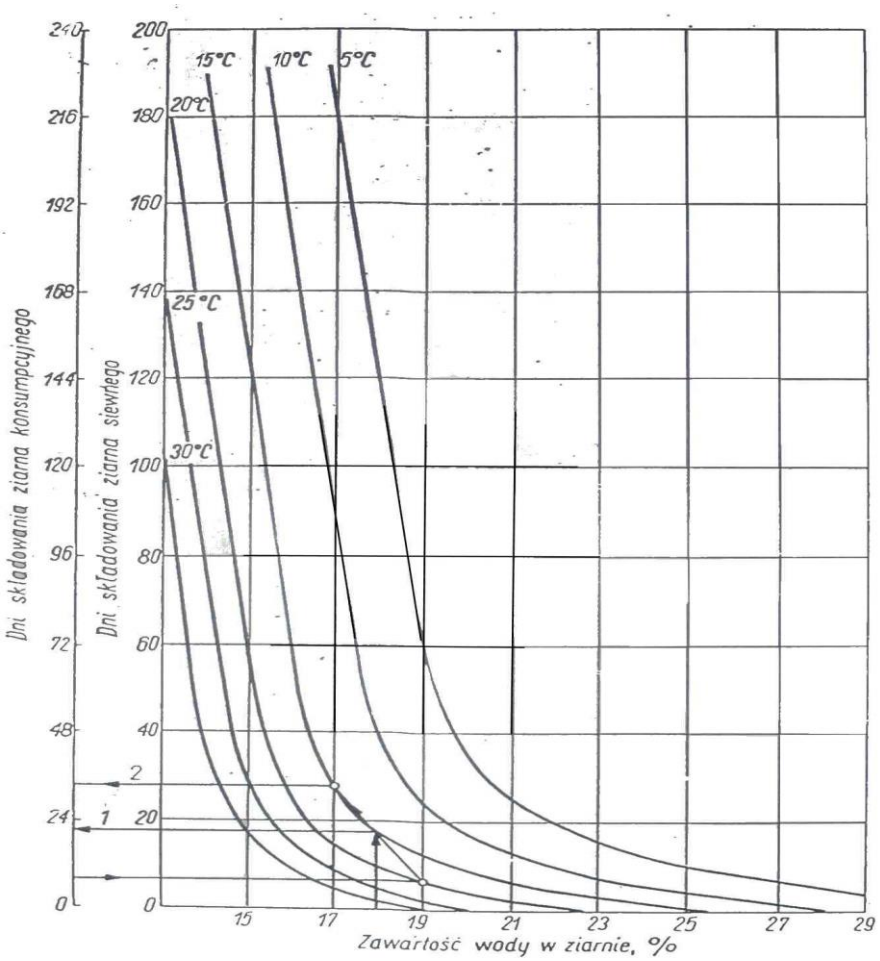
Przy określonej wilgotności ziarna bardzo istotnym wskaźnikiem jest jego temperatura, która powinna być systematycznie kontrolowana w trakcie procesu przechowywania. Nawet niewielki wzrost temperatury może świadczyć o powstaniu ogniska samozagrzewania, którego skutki opisano powyżej. Należy zaznaczyć, że procesy oddychania zachodzące w masie ziarna podczas jego przechowywania zależą w największym stopniu od temperatury i wilgotności ziarna. Krytyczne parametry, powyżej których następuje znaczny wzrost procesów oddychania, to wilgotność ziarna powyżej 15% i jego temperatura powyżej 15°C. Wiąże się to z jednoczesnym wzrostem ubytku masy ziarnowej w wyniku procesów oddychania, a tym samym ma bezpośredni wpływ na całkowitą wielkość ubytków naturalnych. W tabeli I.25 przedstawiono wpływ temperatury i wilgotności ziarna na ubytek suchej masy w trakcie jego przechowywania przez 10 dni. Z tabeli wynika, że dla ziarna suchego i schłodzonego ubytek suchej masy jest praktycznie nieistotny, jednak np. przy wilgotności ziarna 30% i jego temperaturze 18°C ubytek ten jest znaczny i może wynosić nawet powy-

żej 1%. Należy zauważyć, że znacznie większy wpływ na wielkość ubytku naturalnego ma wysoka wilgotność ziarna niż jego temperatura. Wiadomo przy tym, że znacznie niższy jest koszt obniżenia temperatury ziarna niż jego wilgotności. Dlatego też, jeżeli zajmujemy się przechowywaniem ziarna zbóż, musimy mieć pełną informację w zakresie procesów zachodzących w przechowywanym ziarnie. Przedstawione w tabeli I.25 dane obrazują wielkości ubytków naturalnych, ale trzeba mieć również tę świadomość, że niewłaściwe przechowywanie ziarna może doprowadzić również do obniżenia jego jakości, co będzie miało wpływ na cenę ziarna i w konsekwencji może spowodować znaczne straty finansowe dla przedsiębiorstwa [Jurga 1994; Rothkaehl i in. 2000a].

W Centralnym Laboratorium Technologii Przetwórstwa i Przechowalnictwa Zbóż opracowano wykres (rysunek I.8) określający dopuszczalny czas przechowywania składowanego ziarna zbóż w zależności od jego temperatury oraz wilgotności [Górniak i in. 2018].

Tabela I.25. Wielkość ubytku naturalnego ziarna zbóż przechowywanego w określonych warunkach temperatury i wilgotności (wg Hoffmana, Mohsa i Seidla) [*źródło: Górniak i in. 2018*]

Parametry przechowywanego ziarna:		Ubytek (%) suchej masy ziarna w ciągu 10 dni
Wilgotność ziarna przechowywanego w temperaturze 18°C:	11,0%	0,0002
	14,0 – 15,0%	0,001
	16,9%	0,08
	20,5%	0,24
	30,0%	1,36
Temperatura ziarna o wilgotności 14 – 15%:	18°C	0,001
	30°C	0,005
	40°C	0,013
	52°C	0,170



Rysunek I.8. Dopuszczalny czas składowania ziarna zbóż w zależności od temperatury i wilgotności ziarna (wg Łysaka, Świercz, Szarkowskiej) [*źródło: Biskupski i in. 1972*]

Z rysunku I.8 wynika, że obniżenie temperatury lub wilgotności ziarna ma bezpośredni wpływ na dopuszczalny czas jego bezpiecznego przechowywania bez obniżenia jakości, np. glutenu dla pszenicy konsumpcyjnej lub zdolności i energii kiełkowania dla ziarna siewnego lub jęczmienia browarnego. Przykładowo: jeżeli do magazynu przyjmiemy ziarno o wilgotności 17% i temperaturze 30^{o}C to bezpieczny czas jego przechowywania wynosi około 10 dni. Jeżeli ziarno schłodzimy do 10^{o}C, to bezpieczny czas jego przechowywania przedłużymy do około 90 dni. Jeżeli jednocześnie obniżymy jego wilgotność do 15%, to bezpieczny czas przechowywania przedłużymy do około 200 dni. W państwach, w których występują duże dobowe wahania temperatury i wilgotności powietrza atmosferycznego, dla zachowania bezpiecznych warunków przechowywania wilgotność ziarna obniża się do poziomu poniżej 12,5%. Dlatego też również w Polsce, jeżeli chcemy bezpiecznie przechowywać ziarno przez długi okres, np. powyżej roku, to wilgotność tego ziarna nie powinna przekraczać 13% a temperatura 10^{o}C [Górniak i in. 2018].

W normie PN-ISO 6322-1:1999 zaproponowano następujące określenia stosowane w odniesieniu do ziarna w magazynie: „suche", „wilgotne", „bezpieczne". Określenie „suche" lub „bezpieczne" świadczy o tym, że ziarno ma wilgotność, w przypadku której, w prawdopodobnym zakresie temperatur spotkanych podczas przechowywania i transportu, nie występuje ryzyko znacznej aktywności metabolicznej samego ziarna ani zakażenia przez pleśnie i inne drobnoustroje. Ziarno „wilgotne" to takie, którego wilgotność przekracza ten poziom. Zakres „bezpiecznej wilgotności różni się w zależności od rodzaju zboża i jest zależny od temperatury i okresu przechowywania. Jako ogólną zasadę za „bezpieczną" przyjmuje się wilgotność taką, która nie przekracza wilgotności równowagowej ziarna przy 65% wilgotności względnej powietrza.

Zasady wietrzenia i suszenia ziarna zbóż

Aktywne wietrzenie ziarna jest jednym z podstawowych zabiegów jego konserwacji. Polega ono na wymuszeniu przepływu powietrza atmosferycznego przez przestrzenie międzyziarnowe w przechowywanej masie ziarna. Przykładowo w składowanej masie ziarna pszenicy około 40% całkowitej objętości stanowi powietrze. Podstawowym zadaniem aktywnego wietrzenia jest wymiana powietrza w przestrzeniach międzyziarnowych, co ma bardzo duże znaczenie szczególnie w okresie dojrzewania ziarna po zbiorach. Innym nie mniej ważnym zadaniem aktywnego wietrzenia jest obniżanie temperatury składowanego ziarna, co powoduje przedłużanie czasu jego bezpiecznego przechowywania (Biskupski i in. 1972).

W zależności od konstrukcji magazynu zbożowego możemy stosować wiele różnych rozwiązań technicznych, których celem zawsze jest wymuszenie przepływu powietrza przez całą masę ziarnową oraz przy dawce powietrza, wymaganej do określonych parametrów ziarna pod względem jego wilgotności i temperatury. Dawki powietrza określane są za pomocą wybranych parametrów w zależności od potrzeb lub tradycji w danym rejonie kraju czy świata. Dawki te najczęściej określamy jako ilość powietrza w m^3/godz. wietrzenia i tonę ziarna, w m^3/godz. wietrzenia i m^3 ziarna lub jako liczbę wymian powietrza w przestrzeni międzyziarnowej składowanej masy ziarna. W tabeli I.26 przedstawiono zalecane dawki powietrza w zależności od wilgotności ziarna. W dużych magazynach zbożowych, gdzie grubość warstwy ziarna przekracza 20 m, nierealne jest stosowanie wysokich dawek wietrzenia ze względu na opory przepływu powietrza przez masę ziarnową. Jednocześnie stosowanie niskich dawek powietrza przy wysokiej wilgotności ziarna jest niewskazane, gdyż

w wyniku takiego zabiegu można doprowadzić do obniżenia jakości przechowywanego ziarna [Biskupski i in. 1972; Górniak i in. 2018].

Tabela I.26. Zalecane dawki powietrza (według Łysaka) [*źródło: Górniak i in. 2018*]

Wilgotność ziarna (%)	Ilość powietrza: m^3/godz./Mg ziarna	Ilość powietrza m^3/godz./m^3 ziarna	Liczba wymianpowietrza w przestrzeni międzyziarnowej na godzinę wietrzenia
do 16	10	7,5	18,7
16 – 18	30	22,5	56,2
18 – 20	50	37,5	93,7
20 – 25	100	75,0	187,5

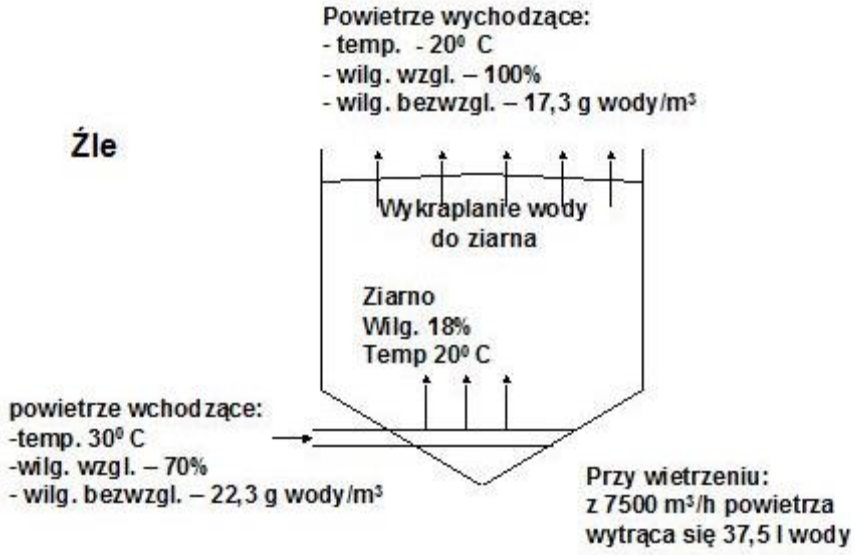
W procesie wietrzenia bardzo ważne jest określenie warunków, w których możemy przeprowadzać ten proces tak, aby spowodował on wymianę powietrza w przestrzeniach międzyziarnowych, obniżył temperaturę składowanego ziarna i nie spowodował podwyższenia jego wilgotności. Dobór właściwych parametrów wietrzenia uzależniony jest od wilgotności i temperatury ziarna oraz wilgotności i temperatury powietrza atmosferycznego, którym wietrzymy ziarno. Dozwolone parametry wietrzenia ziarna zbóż określone są w tabeli Theimera (tabela I.27). Z tabeli tej wynika, że nawet w określonych parametrach powietrza i ziarna, możemy wietrzyć ziarno również wtedy, gdy powietrze atmosferyczne nasycone jest w 100% parą wodną. Warunki te występują jednak tylko wówczas gdy powietrze jest chłodniejsze od masy wietrzonego ziarna. W praktyce trudno jest określić wszystkie wyżej wymienione parametry ziarna i powietrza. Dlatego też w sposób uproszczony można przyjąć, że wówczas gdy nie ma opadów deszczu i nie zauważamy mgły w powietrzu atmosferycznym, bezpieczne wietrzenie ziarna można prowadzić zawsze, gdy ziarno jest cieplejsze od powietrza o 4^{o}C, zaś podczas mgły różnica ta nie może być mniejsza niż 8^{o}C. W przeciwnym razie za pomocą aktywnego wietrzenia możemy ziarno nawilżyć [Biskupski i in. 1972; Tkaczyk 1980; Górniak i in. 2018].

Tabela I.27. Tabela wietrzenia ziarna – Theimera [*źródło: Górniak i in. 2018*]

Różnica temperatur między ziarnem i powietrzem (°C)		Wilgotność ziarna								
		12	13	14	15	16	17	18	19	20
		Najwyższa względna wilgotność powietrza dopuszczalna przy wietrzeniu ziarna (%)								
Powietrze chłodniejsze od ziarna	-8	90	Dopuszczalne wietrzenie powietrzem nasyconym parą wodną							
	-7	84	96							
	-6	79	90	100						
	-5	74	84	93						
	-4	69	78	87	95					
	-3	64	73	82	89	96				
	-2	60	68	76	83	90	95	100		
	-1	56	64	71	78	84	89	94	97	100
		53	60	67	73	79	83	88	91	93
Powietrze cieplejsze od ziarna	+1	49	56	63	68	74	78	82	85	87
	+2	46	53	59	64	69	73	77	80	82
	+3	43	49	55	60	65	69	72	75	77
	+4	41	46	52	56	61	64	68	70	72
	+5	38	44	48	53	57	60	63	66	67
	+6	36	41	45	50	53	57	60	62	63
	+7	34	38	43	47	50	53	56	58	59
	+8	33	36	40	44	47	50	53	54	56

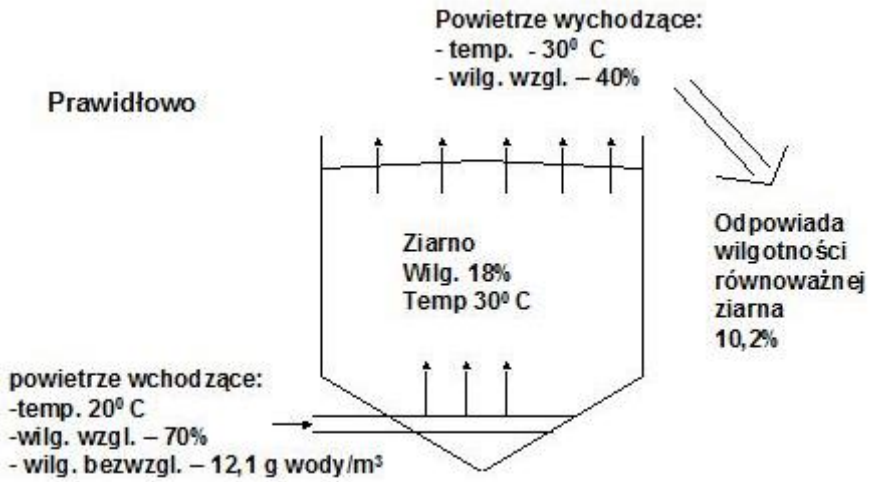
Dla zobrazowania sposobu doboru parametrów wietrzenia ziarna zbóż na rysunku I.8 przedstawiono taki dobór parametrów, który będzie powodował w konsekwencji nawilżenie ziarna. Na rysunku I.9 sytuację tę określono jako ŹLE. Jednakże z sytuacją taką możemy się często spotkać w praktyce magazynowania ziarna zbóż. Zakładamy, że jest ładna pogoda, świeci słońce, a jednocześnie w zbiorniku mamy ziarno o wilgotności 18%, czyli zbyt wysokiej do przechowywania lub sprzedania do młyna. Wydaje się, że jak włączymy wentylator to ziarno podsuszymy. Jednak co się dzieje gdy wtłaczamy powietrze o temp. 30°C do ziarna o temp. 20°C? Powietrze szybko się ochładza od masy ziarnowej, co powoduje przekroczenie punktu rosy i następuje wykroplenie się wody do masy ziarna. W konsekwencji nie podsuszmy ziarna tylko go nawilżamy, a jednocześnie podwyższamy jego temperaturę. Czyli w sumie doprowadzamy ziarno do znacznie gorszej kondycji przechowalnianej niż to miało miejsce przed rozpoczęciem aktywnego wietrzenia. Przy założeniu, że tłoczymy powietrze z dawką 50 m^3/godz. tonę ziarna do zbiornika, w którym przechowujemy 100 ton ziarna, to do masy ziarnowej będzie się w tych warunkach wykra-

plało 37,5 litra wody na godz. wietrzenia. Po jakimś czasie zauważymy, że pod lejem wysypowym zbiornika zacznie kapać woda [Biskupski i in. 1972; Górniak i in. 2018].



Rysunek I.9. Przykład nieprawidłowego doboru parametrów wietrzenia

Na rysunku I.10 przedstawiono odmienną sytuację, określoną jako PRAWIDŁOWO. W tym przypadku właściwie dobrano parametry wietrzenia. Zgodnie z przedstawionymi na rysunku warunkami wietrzenia w jego konsekwencji obniżymy temperaturę składowanego ziarna, nie powodując jego nawilżenia, co poprawi ponadto trwałość przechowalnianą ziarna. Przedstawione na rysunku I.10 warunki wietrzenia mogą w konsekwencji spowodować niewielkie obniżenie wilgotności składowanego ziarna [Górniak i in. 2018].



Rysunek I.10. Przykład prawidłowego doboru parametrów wietrzenia

Proces suszenia ziarna zbóż może być przeprowadzany za pomocą aktywnego wietrzenia, szczególnie do celów podsuszania ziarna, np. od wilgotności 16% lub za pomocą różnego rodzaju suszarek zbożowych, w których czynnikiem suszącym jest gorące powietrze. Właściwe suszenie ziarna zbóż zapewnia odpowiednia konstrukcja suszarki zbożowej, jak również właściwa technologia suszenia.

Podobnie jak w procesie wietrzenia, poprawnie działająca suszarka powinna zapewnić optymalną dawkę powietrza suszącego. W zależności od konstrukcji suszarki dawka ta może być od 2000 do około 2800 m^3 powietrza suszącego na tonę suszonego ziarna i godzinę suszenia. Uznać należy, że minimalna dawka powietrza w suszarce zbożowej nie powinna być mniejsza niż 1800 m^3 powietrza na tonę suszonego ziarna i godzinę suszenia. Pod względem kontroli procesu suszenia podstawowym parametrem technologicznym jest temperatura powietrza suszącego i stopień obniżenia wilgotności ziarna. Kontrola końcowej wilgotności ziarna po suszeniu jest bardzo ważna, gdyż decyduje ona o kosztach suszenia, jakości suszonego ziarna oraz kondycji tego ziarna do przechowywania. Należy przyjąć, że optymalna temperatura powietrza suszącego podczas suszenia konsumpcyjnego ziarna zbóż i nasion rzepaku powinna wynosić około 100^oC, zaś podczas suszenia ziarna siewnego i jęczmienia browarnego 70^oC.

Im wyższa wilgotność ziarna przyjmowanego do magazynu, tym większe zagrożenie rozwoju pleśni. Wilgotność ziarna niższa niż 14,5% (co oznacza spełnienie wyznaczonego kryterium akceptowalności partii ziarna dla celów niniejszego projektu) powinna teoretycznie zapewnić bezpieczne składowanie ziarna. Jednakże partia ziarna jest ze swej natury materiałem bardzo niejednorodnym i wilgotność oznaczona dla prawidłowo pobranej próbki nie może oznaczać całkowitej pewności, że w partii ziarna nie ma ziaren o wilgotności wyższej niż oznaczona dla tej partii ziarna na podstawie pobranej próbki. Takie ziarna stanowią potencjalne punkty wzrostu wilgotności ziarna oraz inicjowania procesu samozagrzewania ziarna, prowadzącego m.in. do powstawania mikotoksyn [Gąsiorowski 2004].

Poziom wilgotności ziarna należy rozpatrywać łącznie z terminem przyjmowania partii ziarna do magazynu. Potencjalne zagrożenie jest tym większe, im wyższa jest wilgotność ziarna w okresach bardziej odległych od terminu zbiorów. Istotną rolę odgrywa również temperatura takiego ziarna. Przykładowo: partia ziarna pszenicy o wilgotności 14,4% przyjęta w marcu do magazynu była przez co najmniej 5 miesięcy (tj. od momentu zbioru) składowana w innym

magazynie. Jeżeli temperatura ziarna po jego zasypaniu do magazynu nie będzie przekraczała poziomu 10^{o}C, to należy domniemywać, że ziarno to było przechowywane prawidłowo, co zmniejsza ryzyko rozwoju pleśni w następnych okresach jego składowania. Gdyby temperatura kształtowała się na wyższym poziomie ryzyko rozwoju pleśni jest tym samym większe [Jurga 1994; Bogaczyński 1995].

Pleśnie mogą rozwijać się na nieodpowiednio przechowywanym ziarnie i wnikać w głąb ziarniaków. Proces psucia ziarna rozpoczyna się, gdy ponad 10% ziarniaków jest wgłębnie porażonych przez grzyby przechowalniane. Do zapleśnienia zboża może dojść również wtedy, kiedy dobrze wysuszony surowiec przechowywany jest w magazynach o niekontrolowanych warunkach temperatury i wilgotności. Pleśnienie ziarna może doprowadzić do zepsucia masy ziarnowej, objawiającej się nieodwracalnymi zmianami fizjologicznymi i chemicznymi, które prowadzą najpierw do pogorszenia, a następnie do zniszczenia ziarna – jego wartości siewnej, technologicznej i żywieniowej. W pierwszej kolejności ziarno spleśniałe traci zdolność kiełkowania. Dalszy rozwój pleśni powoduje ubytki suchej masy ziarna, podwyższenie jego wilgotności oraz zmiany w kompleksach: białkowym, lipidowym i węglowodanowym. Ziarno nabiera specyficznego, pleśniowego zapachu. Stęchłe zboże traci swoją wartość technologiczną, a otrzymany z takiego surowca chleb wykazuje obcy specyficzny zapach. Mogą również występować alergie u ludzi i zwierząt, wywołane na skutek kontaktu z ziarnem porażonym przez niektóre gatunku drobnoustrojów. Ponadto nie można wykluczyć zanieczyszczenia mikotoksynami, które mogą stanowić poważne zagrożenie dla zdrowia i życia człowieka oraz zwierząt. Związki te w trakcie przemiału mogą przedostawać się z ziarna do mąki i innych produktów zbożowych [Gąsiorowski 2004; HGCA 2011].

Toksyny *Fusarium* są szeroko rozpowszechnione w łańcuchu żywnościowym. Główne źródła spożycia toksyn *Fusarium* to produkty wytworzone ze zbóż, a zwłaszcza z pszenicy i kukurydzy. O ile spożycie toksyn *Fusarium* dla całej populacji oraz dla osób dorosłych jest często mniejsze od tolerowanego dziennego pobrania (TDI), w przypadku grup ryzyka, takich jak niemowlęta i małe dzieci, jest bliskie TDI lub nawet w niektórych przypadkach przekracza TDI.

W związku z powyższym Komisja Europejska opublikowała Zalecenie Komisji z dnia 17 sierpnia 2006 r. w sprawie zapobiegania występowaniu i ograniczenia występowania toksyn *Fusarium* w zbożach i produktach zbożowych. Opublikowane Zalecenia mają na celu zachęcenie branży zbożowej do przyjęcia

dobrych praktyk w celu zapobiegania zanieczyszczeniu toksynami *Fusarium* i jego ograniczania. Według Komisji należy to osiągnąć poprzez stosowanie jednolitych zasad w całej Wspólnocie. Pełne wdrożenie zasad określonych w niniejszym zaleceniu powinno prowadzić do dalszego zmniejszenia poziomów zanieczyszczeń. W zasadach tych uwzględniono „Kodeks praktyk w celu zapobiegania zanieczyszczeniu mikotoksyną w zbożach i jego ograniczania, wraz z załącznikami dotyczącymi ochratoksyny A, zearalenonu, fumonizyn i trichotecenów (CAC/RCP 51-2003)" przyjęty przez Komisję Kodeksu Żywnościowego w 2003 r.

W chwili obecnej gdy nie jest możliwe całkowite wyeliminowanie artykułów spożywczych zanieczyszczonych przez mikotoksyny, to zamiarem podstawowym jest możliwie największe zmniejszenie występowania tych toksyn poprzez stosowanie dobrej praktyki rolniczej. Aktualne zasady zapobiegania występowaniu toksyn *Fusarium* i jego ograniczania mają na celu udzielenie państwom członkowskim jednolitych wskazówek, jakie powinny uwzględnić w działaniach związanych z kontrolą i zwalczaniem zanieczyszczeń wspomnianymi mikotoksynami. Aby zapewnić skuteczność tych zasad, producenci w każdym państwie członkowskim, zanim zaczną je stosować, muszą je przeanalizować, uwzględniając specyfikę lokalnych upraw, klimatu i praktyk rolniczych. Ważne jest, aby producenci zdawali sobie sprawę z tego, że dobra praktyka rolnicza (GAP, „good agricultural practices") stanowi pierwszą linię obrony przed zanieczyszczeniem zbóż toksynami *Fusarium*; następną ważną sprawą jest stosowanie dobrej praktyki wytwarzania (GMP, „good manufacturing practices") przy przemieszczaniu, przechowywaniu, przetwarzaniu i dystrybucji zbóż przeznaczonych na żywność dla ludzi lub pasze dla zwierząt. Sporządzenie krajowych kodeksów postępowania opartych na ogólnych zasadach, opracowanie szczególnych kodeksów postępowania w odniesieniu do niektórych gatunków zbóż wpłynie na lepsze stosowanie tych zasad, zwłaszcza w przypadku upraw, takich jak kukurydza [HGCA 2011; Rothkaehl i in. 2000a,b].

Zalecenie Komisji z dnia 17 sierpnia 2006 r. w sprawie zapobiegania występowaniu i ograniczenia występowania toksyn *Fusarium* w zbożach i produktach zbożowych.

W trakcie przechowywania ziarna powstawaniu mikotoksyn sprzyja szereg czynników, do których należą: wilgotności ziarna (aktywność wodna), temperatura, napowietrzanie, porażenie szkodnikami zbożowymi, obecność i rozwój mikroorganizmów, gryzoni, czas przechowywania, traktowanie chemika-

liami, warunki przechowywania (zwłaszcza przeciekanie lub kondensacja wody), procesy samozagrzewania, intensywność światła.

Poniżej przedstawiono wybrane problemy zawarte w wyżej wymienionym dokumencie UE dotyczące przyjęcia ziarna do magazynu i następnie jego przechowywania.

Suszenie

1. Ziarno zbóż powinno być wysuszone tak, aby jego wilgotność była niższa niż wilgotność sprzyjająca rozwojowi pleśni podczas przechowywania (aktywność wodna poniżej 0,65, co odpowiada wilgotności ziarna poniżej 15%). Zapobiega to dalszemu rozwojowi szczepów grzybowych, które mogą znajdować się na świeżym ziarnie.
2. Jeśli jest konieczne przechowanie wilgotnego zboża przed suszeniem, powstaje ryzyko rozwoju pleśni, któremu może towarzyszyć proces samozagrzewania ziarna (wzrost temperatury) w ciągu kilku dni. Zboża powinny być suszone w taki sposób, aby zminimalizować uszkodzenie ziarna. W celu zmniejszenia ryzyka rozwoju grzybów należy w możliwie krótkim okresie czasu ziarno poddać procesowi czyszczenia i wysuszyć do wymaganej wilgotności. Jeśli to możliwe, partie zbóż o różnym ryzyku skażenia nie powinny być mieszane.

Przechowywanie

1. Pomieszczenie magazynu zbożowego musi być suche, dobrze wentylowane, zabezpieczone przed deszczem, przeciekaniem wody gruntowej, zabezpieczone przed dostępem gryzoni i ptaków i zabezpieczone przed zmianami temperatury.
2. Jeśli to możliwe, dokonywać napowietrzania ziarna poprzez aktywne wietrzenie, w celu utrzymania właściwej i jednolitej temperatury w całej masie składowanego zboża. Sprawdzać wilgotność i temperaturę składowanego ziarna w regularnych odstępach czasu podczas okresu składowania. Zapach może wskazywać na przegrzanie ziarna.
3. Zapewnić pomiar temperatury składowanego ziarna w określonych odstępach czasu podczas składowania. Wzrost temperatury o 2 – 3^{o}C może wskazywać na samozagrzewanie masy zbożowej, co sprzyja rozwojowi mikroorganizmów i/lub szkodników zbożowych. Oddzielić wyraźnie porażoną część ziarna i przekazać próbki do analizy. Po oddzieleniu partii ziarna, która ule-

gła procesowi samozagrzewania, obniżyć temperaturę pozostałego ziarna poprzez jego wietrzenie.

4. Stosować dobre praktyki produkcyjne/przechowalniane celem zminimalizowania poziomu szkodników zbożowych i grzybów w urządzeniach przechowalniczych. Mogą one obejmować zastosowanie odpowiednich rejestrowanych insektycydów i fungicydów lub odpowiednich metod alternatywnych. Należy zachować ostrożność przy wyborze środków chemicznych, które nie powinny interferować lub powodować szkody w ostatecznym wykorzystaniu ziarna i powinny być ściśle limitowane.
5. Zastosowanie odpowiednich, zatwierdzonych konserwantów (np. kwasy organiczne takie jak kwas propionowy) może być korzystne dla zbóż przeznaczonych na pasze. Kwas propionowy i jego sole są fungistatykami i są czasami stosowane do konserwowania wilgotnego ziarna na farmie po zbiorach w celu uniknięcia zagrzewania i powstawania pleśni przed obróbką. Powinny one być stosowane jak najwcześniej przy wykorzystaniu odpowiedniego wyposażenia aplikacyjnego tak, aby uzyskać równe pokrycie całej partii chronionego ziarna i zapewnić bezpieczeństwo operatora. Jeśli ziarno zostanie poddane zabiegowi po okresie wilgotnego składowania, obecność konserwantów nie gwarantuje czystości ziarna.

Transport

1. Środki transportowe powinny być suche, czyste i wolne od widocznych grzybów, insektów i innych zanieczyszczających materiałów. Jeśli to niezbędne, środki transportowe powinny zostać wyczyszczone i zdezynfekowane przed użyciem. Przydatne może być zastosowanie zarejestrowanych fumigantów lub insektycydów.
2. Ładunki ziarna powinny być chronione przed dodatkową wilgocią przez zastosowanie do tego celu krytych lub szczelnych ładowni lub brezentów impregnowanych. Należy unikać zmian temperatury i działań, które mogą powodować tworzenie się kondensacji na zbożu, co mogłoby prowadzić do pojawienia się miejscami wilgoci, a następnie rozwoju grzyba i wytwarzania mikotoksyn.
3. Należy zapobiegać pojawianiu się w ziarnie podczas transportu owadów, ptaków i gryzoni, używając niedostępnych dla owadów i gryzoni środków transportu lub innych stosowanych metod oraz w razie konieczności stosować środki chemiczne odstraszające owady i gryzonie, o ile ich stosowanie jest dopuszczone w przewidzianym docelowym użyciu ziarna.

W wymienionych dokumentach UE przedstawione zalecenia są bardzo ogóle, dlatego też poniżej, szerzej omówiono wpływ warunków przechowywania ziarna zbóż na możliwość jego skażenia mikotoksynami [Górniak i in. 2018]. Opisane na wstępie niniejszego opracowania czynniki mają bezpośredni wpływ ma możliwość skażenia ziarna mikotoksynami. Jednocześnie bezpieczne składowanie masy ziarnowej zależy również od rodzaju i stanu technicznego magazynu zbożowego oraz jego wyposażenia, np. w urządzenia do pomiaru temperatury składowanego ziarna oraz do jego wietrzenia powietrzem atmosferycznym.

Rozwój grzybów z rodzaju *Fusarium* i wytwarzanie mikotoksyn w trakcie przechowywania ziarna uzależnione jest w dużym stopniu od jakości ziarna przyjętego do magazynu. O możliwości pojawienia się mikotoksyn w przechowywanej masie zbożowej świadczy między innymi:

- jakość przyjętego ziarna do składowania, a zwłaszcza: rodzaj i poziom zawartości zanieczyszczeń oraz jego wilgotność i temperatura,
- rodzaj magazynu zbożowego,
- zakres zmian temperatury składowanej masy zboża obserwowany w krótkim okresie czasu,
- rozwój szkodników magazynowych.

1.1. Rodzaj magazynu zbożowego

Najbardziej bezpieczne pod względem braku możliwości rozwoju pleśni, a tym samym powstania mikotoksyn, są elewatory zbożowe z komorami żelbetonowymi. Komory te gwarantują brak wpływu warunków zewnętrznych na zmiany temperatury i wilgotności składowanego ziarna. Podobnie, bezpiecznie możemy składować ziarno w stalowych elewatorach zbożowych. W elewatorach takich dobrym izolatorem ciepła jest warstwa powietrza, znajdującą się w przestrzeni wokół zbiorników a zewnętrzną obudową całego elewatora, co gwarantuje stabilną temperaturę i wilgotność składowanego ziarna. Inna sytuacja jest w przypadku wolno stojących zbiorników metalowych. Zewnętrzne zmiany temperatury powietrza, szczególnie w okresie wiosennym, oraz bezpośrednia operacja promieni słonecznych na ścianę zbiornika, może powodować zmiany temperatury przechowywanego ziarna, a nawet wykraplanie wody na ścianach zbiorników i na ziarnie. Stanowi to w konsekwencji bezpośrednie zagrożenie skażenia ziarna przez mikotoksyny. Uważa się, że właściwie wykonane, płaskie magazyny zbożowe są również bezpieczne pod względem rozwoju ple-

śni i skażenia ziarna mikotoksynami. W magazynach płaskich dobrym izolatorem, gwarantującym stabilną temperaturę, jest powietrze otaczające masę zbożową. W magazynach tych wskazane jest, aby zboże nie było sypane bezpośrednio na ścianę zewnętrzną magazynu lecz składowane w systemie sąsiekowym, tak aby pomiędzy przechowywanym ziarnem a ścianą magazynu była wolna przestrzeń o szerokości co najmniej 80 cm.

1.2. Wyposażenie magazynu

Podstawowym założeniem jest, że magazyn zbożowy spełnia wszelkie wymogi techniczne i technologiczne niezbędne dla tego typu obiektu. Magazyn zbożowy dla potrzeb niniejszego projektu powinien być wyposażony w samochodowe wagi platformowe o minimalnej nośności 50 ton oraz kosze zasypowe i punkty wydania ziarna, pozwalające na rozładunek lub załadunek środka transportu ziarna z minimalną wydajnością 50 ton na godzinę. W związku z powyższym, minimalna dobową wydajność przyjęcia i wydania ziarna zboża powinna być na poziomie 1200 ton/dobę. Zarówno kosze zasypowe, jak i punkty wydania ziarna powinny być zabudowane tak, aby była możliwość przyjęcia i wydania ziarna w każdych warunkach pogodowych, także gdy pada śnieg lub deszcz oraz przy mocnym wietrze.

Przy określonej wilgotności ziarna bardzo istotnym wskaźnikiem jest jego temperatura, która powinna być systematycznie kontrolowana. Nawet niewielki wzrost temperatury może świadczyć o powstaniu ogniska samozagrzewania, którego skutki opisano w niniejszym opracowaniu. Dlatego też jako kryterium zabezpieczającym przed ewentualnym rozwojem pleśni, a tym samym powstania mikotoksyn w przechowywanym ziarnie, jest możliwość stałej kontroli temperatury składowanego ziarna oraz w miarę potrzeby dokonywania jego wietrzenia oraz ewentualnych przerzutów wewnątrzmagazynowych.

1.3. Temperatura i wilgotność ziarna zboża przyjętego do składowania

Procesy zachodzące w masie ziarna podczas jego przechowywania zależą w największym stopniu od jego temperatury i wilgotności. Krytyczne parametry, powyżej których następuje znaczny wzrost procesów oddychania ziarna, to wilgotność ziarna powyżej 15% i jego temperatura powyżej 15^{o}C. Wraz ze spadkiem wilgotności i temperatury składowanej masy zbożowej, maleje ryzyko rozwoju pleśni, a tym samym pojawienia się w przechowywanej masie mikotoksyn. Dlatego też istotnymi kryteriami związanymi z ewentualnym rozwo-

jem pleśni, a tym samym powstania mikotoksyn w przechowywanym ziarnie, są temperatura i wilgotność zboża przyjętego do przechowywania. Poziom tych parametrów może również świadczyć o niekorzystnych procesach zachodzących w masie zbożowej w okresach wcześniejszych. Zaleca się, aby wilgotność składowanego ziarna nie przekraczała 14,5% (w przypadku długiego składowania – powyżej roku – wilgotność składowanego ziarna nie powinna być wyższa niż 13,0%).

1.4. Temperatura ziarna w trakcie przechowywania

Magazyny zbożowe wyposażone w urządzenia do aktywnego wietrzenia mają możliwość obniżenia temperatury ziarna w trakcie jego przechowywania, co ma bezpośredni wpływ na ograniczenie rozwoju pleśni, a tym samym powstanie mikotoksyn. Dla zabezpieczenia jakości ziarna jego temperatura w okresie do końca października nie powinna być wyższa niż 15^{o}C, zaś od pierwszego listopada temperatura ta nie powinna być wyższa niż 10^{o}C. Składowane ziarno pszenicy, przeznaczonej do przemiału nie powinno mieć temperatury poniżej 0^{o}C, gdyż utrudnia to jego nawilżenie przed przemiałem w młynie, które jest niezbędne aby uzyskać mąkę o właściwym wyciągu i wartości technologicznej.

1.5. Ewentualny zakres wzrostu temperatury składowanej masy ziarna

Podczas przechowywania ziarna zbóż istotnym czynnikiem jest jego temperatura w momencie przyjmowania tego ziarna do magazynu, co przedstawiono powyżej. Jednak bardzo ważnym kryterium związanym z ewentualnym rozwojem pleśni, a tym samym powstania mikotoksyn w przechowywanym ziarnie, jest wzrost temperatury składowanej masy zbożowej. Wzrost temperatury w danym punkcie pomiaru może świadczyć nawet o powstaniu w składowanej masie procesu samozagrzewania ziarna, który to proces może spowodować znaczny rozwój pleśni, a przez to skażenie ziarna mikotoksynami.

1.6. Rozwój szkodników zbożowych w składowanym ziarnie

Pojawienie się szkodników zbożowych w przechowywanej masie ziarna zawsze wskazuje na powstanie w niej warunków, które będą sprzyjały również

rozwojowi pleśni. W wyniku żerowania na ziarnie, szkodniki zwierzęce powodują powstawanie uszkodzeń zdrowych dotychczas ziaren oraz powstawanie zanieczyszczeń, takich jak: ich ekskrementy, sierść, a także fragmenty zniszczonych ziaren i innych organicznych składników masy ziarnowej. Mogą także na tych szkodnikach być wniesione do masy ziarnowej drobne szkodniki owadzie, a także mikroorganizmy oraz pył i kurz. Ciepło powstające wskutek działalności owadów w masie ziarnowej tworzy różnicę temperatury, która może spowodować migrację wilgoci i w konsekwencji zniszczenia ziarna spowodowane rozwojem drobnoustrojów. Dlatego obecność szkodników zbożowych w różnych stadiach życiowych jest istotnym kryterium, które może wskazywać na możliwość skażenia ziarna mikotoksynami. Zalecenia dotyczące sposobów sprawdzania porażenia przez szkodniki składowanego ziarna zbóż i roślin strączkowych zostały przedstawione w normie PN-ISO 6322-3:2001 Przechowywanie ziarna zbóż i roślin strączkowych. Część 3: sprawdzanie porażenia przez szkodniki.

1.7. Powstanie ogniska samozagrzewania ziarna

Niekontrolowany proces samozagrzewania ziarna, szczególnie gdy jego temperatura wzrośnie do 30^{o}C i powyżej, stwarza bardzo poważne zagrożenie rozwoju pleśni, a tym samym powstaje możliwość skażenia ziarna mikotoksynami, jak również obniżenia jego wartości technologicznej.

1.8. Pojawienie się nieprawidłowego zapachu składowanego ziarna, np. stęchłego lub fermentacyjnego

Zapach stęchły lub fermentacyjny składowanego ziarna wskazuje pośrednio na rozwój pleśni i bakterii, a tym samym powstaje możliwość skażenia ziarna mikotoksynami jak również obniżenia jego wartości technologicznej.

1.9. Jakość przyjętego ziarna do składowania

Wymagania w zakresie dopuszczalnego poziomu poszczególnych grup zanieczyszczeń podano w Rozporządzeniu Delegowanym Komisji (UE) nr 2016/1238. Bardzo ważnym kryterium związanym z ewentualnym rozwojem pleśni, a tym samym powstania mikotoksyn w przechowywanym ziarnie, jest poziom niektórych grup zanieczyszczeń. Są to zwłaszcza „ziarna zbutwiałe” oraz

„ziarna zniszczone", których obecność świadczy o rozwoju pleśni zaistniałym przed przyjęciem danej partii ziarna do magazynu. Do grupy „ziarna zniszczone" zaliczane są również ziarna porażone przez *Fusarium*. Pozostałe grupy zanieczyszczeń („ziarna uszkodzone przez szkodniki", „ziarna uszkodzone termicznie" i „ziarna uszkodzone wskutek samozagrzewania lub zbyt intensywnego suszenia") to ziarna martwe, które wskutek oddziaływania różnych szkodliwych czynników (np. porażenie przez szkodniki, uszkodzenie termiczne) zostały pozbawione naturalnego mechanizmu obronnego, wykazywanego przez zdrowe ziarna zbóż. Im wyższa zawartość tych grup zanieczyszczeń, tym większe jest ryzyko – w przypadku powstania sprzyjających warunków – rozwoju pleśni i wskutek tego wytworzenia się mikotoksyn. Zwiększone ryzyko rozwoju pleśni może również wskazywać znacząca obecność grup zanieczyszczeń, takich jak: „plewy" oraz „martwe owady lub ich fragmenty". Duża ilość martwych owadów wskazuje, że ziarno było porażone przez szkodniki i następnie gazowane, co wskazuje na nieprawidłowe warunki przechowywania. Może to także ograniczyć wykorzystanie tego ziarna na cele konsumpcyjne. Obecność „plew" nie jest groźna dla stanu masy ziarnowej, jeżeli są one suche, jasne, luźne i niezwiązane z ziarniakiem. Jeżeli natomiast jest obecna znaczna liczba ziaren pokrytych plewkami, to z reguły jest to wynikiem złego wymłócenia zbyt wilgotnego i zadeszczonego ziarna. Na plewach otaczających ziarno gromadzą się drobne zanieczyszczenia (np. piasek, kurz) oraz mikroorganizmy (zwłaszcza zarodniki pleśni). Takie plewki stają się punktem inicjującym rozwój pleśni, a tym samym możliwość skażenia ziarna mikotoksynami.

Zalecane jest, aby personel zakładów przyjmujących ziarno do magazynu zbożowego podlegał regularnym szkoleniom w zakresie pobierania próbek do badań, oceny jakości ziarna oraz prawidłowych warunków magazynowania ziarna, a także podstawowych zagadnień higieny. Szczególną uwagę należy poświęcić szkoleniom dotyczącym metodyki oznaczania zanieczyszczeń, w tym zwłaszcza identyfikacji poszczególnych grup zanieczyszczeń. Każdy pracownik powinien znać zasady GMP odnośnie wykonywanych przez niego prac, dlatego wszyscy pracownicy powinni przechodzić szkolenia z zakresu Dobrej Praktyki Produkcyjnej [PN-ISO 6322-2:2002; Rothkaehl i in. 2000a,b].

W magazynie zbożowym muszą być wdrożone zasady Dobrej Praktyki Produkcyjnej i systemu HACCP. Szczegółowe wymagania dotyczące magazynów zbożowych powinny być określone w odpowiednich dokumentach potwierdzających kompetencje danego magazynu do przechowywania ziarna zgodnie

z GMP i HACCP. Przykładowe ogólne wymagania dot. przechowywania ziarna zbóż zostały określone również w Rozporządzeniu Delegowanym Komisji (UE) 2016/1238 z dnia 18 maja 2016 r. uzupełniającym Rozporządzenie Parlamentu Europejskiego i Rady (UE) nr 1308/2013 w odniesieniu do interwencji publicznej i dopłat do prywatnego przechowywania oraz w Rozporządzeniu Wykonawczym Komisji (UE) 2016/1240 z dnia 18 maja 2016 r. ustalającym zasady stosowania Rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (UE) nr 1308/2013 w odniesieniu do interwencji publicznej i dopłat do prywatnego przechowywania. Informacje dotyczące autoryzowanych magazynów zbożowych powinny być publikowane i aktualizowane przez odpowiednie jednostki zajmujące się ich „zatwierdzeniem".

Na potrzeby realizacji *Platformy Żywnościowej* powinny zostać określone szczegółowe normy techniczne dotyczące miejsc przechowywania i wszelkie inne niezbędne środki zapewniające odpowiednią konserwację przechowywanych produktów. Istotne będzie również zapewnienie aby miejsca przechowywania ziarna będącego przedmiotem obrotu na *Platformie Żywnościowej* były odpowiednie do przechowywania i utrzymywania w dobrym stanie zakupionych produktów, w tym również pod względem temperatury przechowywania oraz aby spełniały wymogi określone w odpowiednich dokumentach.

Ogólne zalecenia dotyczące wykrywania porażenia przez szkodniki

Szkolenia personelu powinny obejmować również zagadnienia związane z porażeniem składowanego ziarna przez szkodniki. Zalecenia dotyczące sposobów sprawdzania porażenia przez szkodniki składowanego ziarna zbóż i roślin strączkowych zostały przedstawione w normie PN-ISO 6322-3:2001 Przechowywanie ziarna zbóż i roślin strączkowych. Część 3: Sprawdzanie porażenia przez szkodniki.

Skutkami porażenia przez ptaki, szczury i myszy oraz inne gryzonie są: zanieczyszczenie masy ziarnowej materiałem szkodliwym lub niebezpiecznym dla zdrowia człowieka lub zwierzęcia, w tym także mikroorganizmami, rozsypywanie ziarna na wolne przestrzenie magazynowe, ubytek masy ziarna i obniżenie jakości wskutek powodowania różnego rodzaju defektów ziarna. Przestrzeganie higieny i ochrona magazynu przed dostępem szkodników są podstawowymi środkami zaradczymi. Do rutynowego sprawdzania obecności szczurów i myszy mogą być stosowane antykoagulatorowe przynęty. Zaleca się, aby magazyn był chroniony przed dostępem ptaków przez stosowanie odpowiednich zabezpie-

czeń, zwłaszcza w przypadku otwierania okien zabezpieczanie ich odpowiednimi siatkami [Nawrot 2001; Nawrot 2003; HGCA 2011].

Wśród głównych czynników, które wpływają na rozwój i działalność owadów i roztoczy są temperatura, wilgotność ziarna, wilgotność względna powietrza w bezpośrednim otoczeniu, rodzaj ziarna i jego stan.

Niektóre gatunki owadów, np. wołek zbożowy (*Sitophilus granarius* (L.) może atakować całkowicie zdrowe ziarno. Otarcie okrywy nasiennej, uszkodzenie ziarna w trakcie zbioru i transportu oraz obecność pyłu zbożowego ułatwiają atak wielu innych gatunków owadów i roztoczy, np. spichlerz surinamski – *Oryzaephilus surinamensis* (L.) czy rozkruszek mączny – *Acarus siro* (L.). Działalność owadów i roztoczy w przechowywanym ziarnie zbóż może prowadzić do uszkodzenia ziarna, np. wołek zbożowy drąży w bielmie otwory, rozpłaszczyk rdzawy *Cryptolestes ferrugineus (Steph.)* zjada zarodek, rozkruszek mączny atakuje połamane ziarna.

Porażeniu ziarna przez owady i roztocza należy zapobiegać przez chronienie magazynu i masy ziarnowej przed ich dostępem, stworzenie niekorzystnych warunków dla ich rozmnażania się lub przez zastosowanie chemicznych lub biologicznych środków ochrony w ziarnie. Podstawowymi technikami zapobiegania jest utrzymanie należytego stanu higienicznego (usuwanie wszelkich niepożądanych ziarn i pyłu, w których owady i roztocza mogą się rozmnażać), oczyszczenie pustych miejsc składowania i kontrola otoczenia poprzez:

- składowanie ziarna w warunkach poniżej temperatury lub wilgotności względnej powietrza niezbędnych dla wzrostu rozwoju i rozmnażania się szkodników (np. przez suszenie ziarna przed składowaniem, aktywne wietrzenie lub chłodzenie masy ziarnowej podczas jej składowania w magazynie, schładzanie magazynu, gdy jest on opróżniony z ziarna),
- przechowywanie ziarna w hermetycznych zbiornikach lub w atmosferze gazów obojętnych,
- dodanie insektycydów do odstraszenia lub zabicia atakujących owadów.

Zwalczanie owadów i roztoczy może obejmować pozbycie się ich z pustych budynków magazynowych, z pustych pojazdów transportowych, a także z masy ziarnowej. Do usunięcia owadów i roztoczy z masy ziarnowej mogą być stosowane metody mechaniczne i fizyczne, metody biologiczne oraz metody chemiczne. Wśród metod mechanicznych i fizycznych należy wymienić:

- odsiewanie ziarna w celu usunięcia żywych owadów i roztoczy, znajdujących się na zewnątrz ziarn,
- ogrzewanie ziarna,
- traktowanie promieniami gamma, innym promieniowaniem elektromagnetycznym o wysokiej częstotliwości lub przyspieszonymi elektronami,
- umieszczenie w hermetycznych zbiornikach, w których owady giną przy obniżeniu zawartości tlenu w powietrzu do poziomu poniżej 2%,
- umieszczenie w sztucznie wytworzonej kontrolowanej atmosferze,
- wietrzenie w celu obniżenia temperatury i/lub wilgotności.

Działania powyższe mogą być także stosowane łącznie. Środki chemiczne stosowane są w dwóch formach: preparatów kontaktowych i fumigantów. Insektycydy i akarycydy kontaktowe, stosowane są w postaci pylistej, emulsji wodno-olejowej lub mgły wodnej, aerozolu lub dymu. Pozostają na powierzchni pustego magazynu, pojazdu transportowego, statku, kontenera transportowego i przenośników transportowych. Działają toksynie na owady i roztocza. Kiedy owady i roztocza przechodzą przez powierzchnie pokryte insektycydami, na ich powierzchnię zostaje naniesiony toksyczny materiał, który zabija je, zanim dotrą do chronionego ładunku. Technika te jest skuteczna w zwalczaniu pełzających owadów i roztoczy. Okres, w którym insektycyd jest skuteczny, zależy od rodzaju powierzchni, temperatury, wilgotności względnej powietrza i intensywności ekspozycji na światło. Latające owady mogą być eliminowane przy zastosowaniu aerozolu lub dymu podczas lotu lub kiedy usiądą na potraktowanej środkiem powierzchni. Owady latające i owady na powierzchni towaru mogą być również zwalczane przez insektycydy lotne o własnościach pośrednich pomiędzy insektycydami kontaktowymi i fumigantami.

Zwalczanie populacji szkodników w budynkach o wysokiej konstrukcji lub w pojazdach, w pustych workach i w samym ziarnie, może być skuteczne tylko za pomocą fumigantów, które działają jako gazy, nawet wtedy gdy istnieją ich ciekłe lub stałe odpowiedniki. Fumiganty gazowe są zwykle toksyczne dla ludzi i powinny być stosowane przez odpowiednio przeszkolone osoby, które znają zagrożenia i odpowiednie środki ochrony. Sprzedaż i stosowanie insektycydów w wielu krajach jest regulowana. Do zwalczania szkodników w magazynach zbożowych wolno używać tylko zarejestrowane i dopuszczone do stosowania przez Ministerstwo Rolnictwa i Rozwoju Wsi środki ochrony roślin. Maksymalne dopuszczalne pozostałości pestycydów w ziarnie zbóż reguluje Rozporządzenie (WE) nr 396/2005 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 23 lutego 2005 r.

w sprawie najwyższych dopuszczalnych poziomów pozostałości pestycydów w żywności i paszy pochodzenia roślinnego i zwierzęcego oraz na ich powierzchni, zmieniające dyrektywę Rady 91/414/EWG.

Nie dopuszcza się stosowania środków konserwujących do ziarna znajdującego się w autoryzowanym magazynie. Prewencyjne stosowanie mogłoby spowodować zwiększenie obecności pozostałości środków konserwujących w ziarnie, w przypadku ich wcześniejszego zastosowania przez oferenta. Zwiększa to także ryzyko, że ziarno przed upływem czasu karencji związanej z zastosowaniem środków konserwujących, mogłoby ulec przetworzeniu na cele konsumpcyjne lub paszowe. Konieczność zastosowania środków konserwujących wskazywałaby, że magazyn przyjął ziarno zawierające szkodniki, co wskazuje na brak kompetencji laboratorium do przeprowadzenia prawidłowej oceny przyjmowanego ziarna pod kątem stwierdzenia występowania żywych i martwych szkodników. Natomiast jeśli w ziarnie po okresie np. 2 – 3 tygodni przechowywania w magazynie autoryzowanym stwierdzona zostanie obecność żywych szkodników, a w protokole z oceny przyjęcia ziarna nie stwierdzono ich obecności, to jednoznacznie wskazuje, że w magazynie nie są przestrzegane zasady GMP i HACCP w zakresie przechowywania ziarna.

Dopuszczone jest natomiast stosowanie środków chemicznych w celu przygotowania magazynu do przyjęcia kolejnych partii ziarna. Zwłaszcza jeśli po wykonaniu podstawowych zabiegów higienicznych w magazynie płaskim czy w silosie, stwierdzone zostanie występowanie szkodników, np. wołków, trojszyków czy mklików. Stosowanie środków chemicznych należy przeprowadzać według szczegółowej instrukcji stosowania podanej na etykiecie wybranego preparatu przez osoby odpowiednio przeszkolone.

Ubytki naturalne w przechowywanym ziarnie zbóż

W latach osiemdziesiątych ubiegłego wieku w Centralnym Laboratorium Technologii Przetwórstwa i Przechowalnictwa Zbóż (CLTPiPZ) w Warszawie zrealizowano szereg prac naukowo-badawczych, których wynikiem było, m.in. określenie wielkości krajowych norm ubytków naturalnych ziarna zbóż, ziarna roślin strączkowych i oleistych podczas przechowywania. W pracach tych między innymi wykazano, że nawet przy krótkim przechowywaniu ziarna zbóż w magazynach obrotowych zawsze występują ubytki lub superaty masy przechowywanego ziarna. W świetle powyższego dla celów niniejszego projektu powinny być określone wielkości dozwolonych ubytków naturalnych. Proponuje się co najmniej stosowanie rozliczeń składowanej ogółem masy ziarna w czę-

ści autoryzowanej magazynu przy rozliczeniach wewnętrznych z uwzględnieniem ubytków, takich jak: „osuszka lub zawilgocenie ziarna" oraz „naturalny ubytek mechaniczny", zgodnie z dalej przedstawionymi zasadami. Wynika to przede wszystkim nie tyle ze straty masy przechowywanego ziarna ale z nieuniknionych błędów oceny masy ziarna zarówno podczas jego przyjęcia do magazynu, jak i jego wydania, a także ze strat masy na drogach transportu. Praktycznie nie ma takiej możliwości aby każdorazowo rozliczyć masę przechowywanego ziarna na zero, zawsze powstanie mniejszy lub większy ubytek lub superata. Potwierdziły to również analizy materiałów statystycznych z faktycznego rozliczania ubytków naturalnych w magazynach zbożowych z terenu całego kraju [Bogaczyński 1995; Górniak i in. 2018].

Według badań CLTPiPZ pszenica o wilgotności poniżej 15% w temperaturze 18 – 22 ^{o}C w ciągu 30 dni wykazywała ubytek biologiczny 0,0084%. Pszenica o wilgotności 17% wykazuje ubytek biologiczny w ciągu roku 1,5%, zaś o wilgotności 15% – 1,0%. Ubytek naturalny mechaniczny:

- przy przerzutach z komory do komory – 0,0014%,
- podczas czyszczenia żyta – 0,026%,
- podczas czyszczenia owsa – 0,034%.

Według normy PN-EN ISO 712:2012 Ziarno zbóż i przetwory zbożowe – Oznaczanie wilgotności – Metoda odwoławcza, granice odtwarzalności wynoszą 0,45 punktu procentowego.

Norma PN-ISO 7700-1:2014-06 Produkty żywnościowe – Sprawdzanie wzorcowania wilgotnościomierzy użytkowych – część I: Wilgotnościomierze do ziarna zbóż, określa dopuszczalne błędy graniczne dla wilgotnościomierzy elektrycznych (tabela I.28)

Tabela I.28. Dopuszczalne błędy graniczne dla wilgotnościomierzy elektrycznych [*źródło: PN-ISO 7700-1:2014-06*]

Wilgotność ziarna do 10%	Wilgotność ziarna większa niż 10%
±0,7% – klasa I	±(0,03 wartości mierzonej +0,4%) – klasa I
±0,8% – klasa II	±(0,04 wartości mierzonej +0,4%) – klasa II

Ziarno pszenicy jest materiałem higroskopijnym, co oznacza, że w zależności od temperatury i wilgotności otaczającego powietrza zmienia swoją wil-

gotność dążąc do osiągnięcia wilgotności równoważnej, czyli zawsze albo nawilża się, albo wysycha. Dlatego też przy rozliczaniu przechowywanej masy ziarna należy uwzględnić jego osuszkę lub zawilgocenie, co uwzględniono w przedstawionej poniżej instrukcji rozliczania ubytków naturalnych**.**

Po raz ostatni opublikowano obowiązujące wysokości ubytków dla ziarna zbóż w Zarządzeniu Ministra Rolnictwa, Leśnictwa i Gospodarki Żywnościowej z dnia 12 grudnia 1986 roku w sprawie krajowych norm ubytków naturalnych niektórych artykułów rolno-spożywczych podczas przechowywania [Monitor Polski Nr 2 z dnia 4.02.1987r.], które od wielu lat nie obowiązuje. Wielkości zamieszczone w Załączniku 1 (tabela I.29) do wyżej wymienionego Zarządzenia mogą być jednak stosowane w zarządzeniach wewnętrznych określonych dla działającego obecnie przedsiębiorstwa, a także w systemie handlu ziarnem pszenicy na forum *Platformy Żywnościowej*.

Tabela I.29. Krajowe normy ubytków naturalnych ziarna zbóż, ziarna roślin strączkowych i oleistych podczas przechowywania [*źródło: Zarządzenie Ministra Rolnictwa, Leśnictwa i Gospodarki Żywnościowej z 12.12.1986]*

L.p.	Nazwa artykułu	Krajowe normy ubytków naturalnych (w procentach) podczas przechowywania				
		w magazynach, spowodowane		na placach składowych	w magazynach, spowodowane	
		zachodzącymi procesami biochemicznymi i fizycznymi	czynnościami manipulacyjnymi		suszeniem termicznym	dezynsekcją
1	Żyto, pszenica, jęczmień, owies, mieszanka zbożowa	0,01	0,30	0,5	0,35	-
2	Gryka	0,01	0,35	-	0,35	-
3	Kukurydza	0,02	0,45	0,5	0,45	-
4	Rzepak i rzepik	0,01	0,30	0,5	0,45	-
5	Mak	0,07	0,45	-	0,45	0,10
6	Gorczyca	0,10	0,55	-	0,50	0,30
7	Proso	0,01	0,30	-	0,45	-
8	Groch i fasola	0,01	0,30	-	0,30	-
9	Bobik, łubin, mieszanka strączkowa	0,01	0,35	0,5	0,30	-
10	Mieszanka strączkowo-zbożowa	0,01	0,35	0,5	0,35	-

Poniżej przedstawiono przykładową Instrukcję w sprawie stosowania zakładowych norm ubytków naturalnych ziarna zbóż podczas przechowywania w magazynie oraz podczas suszenia [Górniak i in. 2018].

I. Przepisy ogólne

1. Zakładowe normy ubytków naturalnych określone w Zarządzeniu Właściciela, Prezesa Firmy w sprawie zakładowych norm ubytków naturalnych ziarna

zbóż, mają zastosowanie do rozliczenia strat ilościowych ziarna zbóż powstałych podczas przechowywania i suszenia.

1) Naturalny ubytek biologiczny jest to strata masy ziarna, spowodowana zachodzącymi w niej zmianami biochemicznymi.
2) Naturalny ubytek mechaniczny jest to strata masy ziarna spowodowana czynnościami manipulacyjnymi obejmującymi: przyjmowanie, przemieszczanie, wydanie, czyszczenie, aktywne wietrzenie i przeprowadzanie innych zabiegów konserwacyjnych (z wyjątkiem termicznego suszenia) oraz odchylenie oceny wilgotności i masy fizycznej ziarna wraz z dopuszczalnymi obiegowymi uchybieniami wag.
3) Naturalny ubytek podczas suszenia termicznego w suszarkach jest to strata fizycznej masy ziarna powstała łącznie wskutek:
   a) wzmożonych procesów biochemicznych zachodzących w masie ziarna przed i w czasie suszenia,
   b) czynności manipulacyjnych zachodzących podczas przemieszczania ziarna tylko w związku z procesem jego suszenia (rozkurz), podczas transportu do i z miejsca składowania oraz w czasie suszenia.

2. Normy ubytków naturalnych nie stosuje się do rozliczenia strat ilościowych spowodowanych:
   1) zepsuciem lub zniszczeniem w wyniku niewłaściwego przechowywania, suszenia lub braku dbałości,
   2) przyczynami losowymi, nieszczęśliwymi wypadkami i kradzieżami,
   3) nieprzestrzeganiem wymagań i postanowień określonych w odpowiednich regulacjach prawnych, a także we właściwych Polskich Normach (PN) i normach zakładowych (ZN) jeśli dany zakład powołuje się na nie w ramach wykonywanej działalności.
3. Niedozwolone jest:
   1) odpisywanie z góry ubytków naturalnych bez uprzedniego ich stwierdzenia,
   2) odpisywanie ubytków naturalnych w wysokości przekraczającej ubytki rzeczywiście stwierdzone.

II. Przepisy szczegółowe

1. Ubytki naturalne w granicach norm oblicza się:
   1) Ubytek biologiczny – w odniesieniu do średniego stanu masy ziarna przechowywanego w ciągu miesiąca.

2) Ubytek mechaniczny – w odniesieniu do ilości (masy) ziarna przyjętej do składowania w okresie międzyinwentaryzacyjnym.
3) W odniesieniu do suszenia termicznego w suszarkach – od ilości (masy) ziarna poddanego suszeniu i wykazanej w raportach suszenia.

2. Nie zalicza się do ubytków naturalnych różnic w ciężarze ziarna powstałych na skutek osuszki lub zawilgocenia podczas przechowywania lub podczas termicznego suszenia.

3. Przy rozliczaniu ujemnych różnic inwentaryzacyjnych (niedoborów), uwzględnia się w pierwszej kolejności ubytki naturalne podczas przechowywania w magazynach, mieszczące się w granicach norm podanych w tabeli Zarządzenia, a następnie ubytki naturalne podczas termicznego suszenia (dla masy poddanej suszeniu).

III. Zasady obliczenia ubytków naturalnych

1. Różnice w ciężarze ziarna powstałe wskutek osuszki lub zawilgocenia oblicza się wg wzorów:

$$O = \frac{M_P \times (W_P - W_K)}{100 - W_K}$$

$$Z = \frac{M_P \times (W_K - W_P)}{100 - W_K}$$

w których:

O – osuszka,

Z – zawilgocenie,

M_P – ciężar zaprzychodowanego ziarna za okres międzyinwentaryzacyjny łącznie ze stanem początkowym,

W_P – średnioważona wilgotność ziarna zaprzychodowanego łącznie ze stanem początkowym,

W_K – średnioważona wilgotność ziarna zaprzychodowanego łącznie ze stanem końcowym.

2. Wysokość naturalnego ubytku biologicznego w granicach normy, powstałego podczas przechowywania, oblicza się wg wzoru:

$$U_N = \frac{\sum M_{\varrho R.} \times N}{100}$$

w którym:

U_N – ubytek naturalny w granicach normy w kg,

N – obowiązująca norma ubytku naturalnego w % według tabeli Zarządzenia Ministra Rolnictwa, Leśnictwa i Gospodarki Żywnościowej z dnia 12 grudnia 1986 roku w sprawie krajowych norm ubytków naturalnych niektórych artykułów rolno-spożywczych podczas przechowywania [Monitor Polski Nr 2 z dnia 4.02.1987r.] (tabela I.29),

$\sum M_{ŚR.}$ – suma średnich remanentów miesięcznych:

$$M_{ŚR} = (M_1 + M_2 + ... + M_n) : T_n$$

$M_{ŚR}$ – średni remanent miesięczny,

$M_1 + M_2 + ... + M_n$ – przechowywana ilość ziarna w magazynie w poszczególnych dniach miesiąca (stan dzienny),

T_n – ilość dni w miesiącu lub przy przechowywaniu w okresie poniżej 1 miesiąca – 30

3. Wysokość naturalnego ubytku mechanicznego podczas przechowywania w magazynach oraz podczas suszenia oblicza się według wzoru:

$$U_N = \frac{M_Z \times N}{100}$$

w którym:

U_N – ubytek naturalny w granicach normy w kg,

M_Z – masa zaprzychodowanego ziarna, przyjęta do składowania w okresie międzyinwentaryzacyjnym lub masa ziarna poddana suszeniu i wykazana w raportach suszenia,

N – obowiązująca norma ubytku naturalnego w % według tabeli Zarządzenia (tabela I.29).

Przykład:

Dane: artykuł – ziarno pszenicy

- okres obrachunkowy: 20 lipiec – 15 stycznia,
- w okresie obrachunkowym do magazynu przyjęto 500 600 kg pszenicy,

wysuszono termicznie 135 500 kg pszenicy,

- suma średnich remanentów miesięcznych – kg,

miesiąc	średni remanent miesięczny
lipiec	12 500
sierpień	320 300
wrzesień	450 700
październik	420 200
listopad	350 100
grudzień	120 200
styczeń	5 400
	razem: 1 679 400

- wysokość dopuszczalnego naturalnego ubytku biologicznego:

$$U_N = \frac{\sum M_{śr.} \times N}{100} = \frac{1679400 \times 0{,}01}{100} = 168kg$$

- wysokość dopuszczalnego ubytku naturalnego mechanicznego:

$$U_M = \frac{M_Z \times N}{100} = \frac{500600 \times 0{,}3}{100} = 1502kg$$

- wysokość dopuszczalnego naturalnego ubytku powstałego podczas suszenia:

$$U_S = \frac{M_S \times N}{100} = \frac{135500 \times 0{,}35}{100} = 474kg$$

- łączna wysokość dopuszczalnego ubytku naturalnego ziarna pszenicy w magazynie wynosi:

$U = U_N + U_M + U_P = 168$ kg + 1502 kg + 474 kg = 2 144 kg

9. REKOMENDACJE DLA POTRZEB *PLATFORMY ŻYWNOŚCIOWEJ*

9.1. Kryteria kwalifikowalności dla produktu

Do obrotu na *Platformie Żywnościowej*, kwalifikuje się ziarno pszenicy zwyczajnej spełniające następujące wymogi:

- Ziarno musi posiadać kolor typowy dla pszenicy zwyczajnej.
- Ziarno musi być wolne od nietypowych zapachów i żywych szkodników (w tym roztoczy) niezależnie od ich stadium rozwoju.
- Ziarno musi spełniać minimalne wymagania jakościowe (określone w tabeli 1).
- Zawartość substancji niepożądanych w ziarnie nie może przekraczać najwyższych dopuszczalnych poziomów określonych w przepisach UE, w tym w Rozporządzeniu Komisji (WE) nr 1881/2006 z późn. zm.
- Poziom radioaktywności w ziarnie nie może przekraczać poziomu określonego w Rozporządzeniu Rady (WE) nr 733/2008 z późn. zm.

9.2. Minimalne wymagania jakościowe

Minimalne wymagania jakościowe dla ziarna pszenicy zwyczajnej zaproponowane przez Instytut Ekonomiki Rolnictwa i Gospodarki Żywnościowej – Państwowy Instytut Badawczy przedstawiono w tabeli I.30.

Tabela I.30. Minimalne wymagania jakościowe dla pszenicy zwyczajnej według klas jakościowych

	Wyróżnik jakościowy	Jednostka	Klasa jakościowa		
			C	B	A
A.	Maksymalna wilgotność wg PN-EN ISO 712	%	14,5	14,5	14,5
B.	Maksymalna zawartość zanieczyszczeń wg PN-EN 15587	%	6,0	6,0	6,0
	1. Ziarna połamane	%	5,0	5,0	3,0
	2. Zanieczyszczenia ziarnowe	%	5,0	5,0	3,0
	a) ziarna poślednie	%	x	X	x
	b) ziarna innych zbóż	%	x	X	x
	c) ziarna uszkodzone przez szkodniki	%	x	X	x
	d) ziarna z przebarwionym zarodkiem	%	x	X	x
	e) ziarna uszkodzone termicznie podczas suszenia	%	0,5	0,5	0,5
	3. Ziarna porośnięte	%	4,0	4,0	4,0
	4. Zanieczyszczenia obce	%	2,0	2,0	2,0
	a) obce nasiona	%	0,1	0,1	0,1
	b) ziarna niezdrowe	%	x	X	x
	c) materiał obcy	%	x	X	x
	d) łuski	%	x	X	x
	e) sporysz	%	0,05	0,05	0,05
	f) ziarna zaśniecone	%	x	X	x
	g) zanieczyszczenia pochodzenia zwierzęcego	%	x	X	x
C.	Minimalna gęstość ziarna w stanie zsypnym wg PN-EN ISO 7971-3	kg/hl	73,0	76,0	77,0
D.	Minimalna zawartość białka (Nx5,7) wg PN-EN ISO 20483	% s.m.	10,5	12,5	14,0
E.	Minimalna liczba opadania wg PN-EN ISO 3093	sek.	220	250	270

x – oznacza, że nie określono maksymalnej zawartości niektórych grup zanieczyszczeń, jednak suma zanieczyszczeń ziarnowych i zanieczyszczeń obcych nie może przekroczyć limitów określonych odpowiednio w pkt. 2 i 4 oraz łącznie określonych w lit. B tabeli 1.

Uwaga: Należy zawsze stosować najnowsze wydanie danej normy na metody badań wymienione w Katalogu Polskich Norm Aktualnych prowadzonym przez Polski Komitet Normalizacyjny.

9.3 Metody stosowane do oznaczania jakości ziarna pszenicy

Ocenę jakości ziarna pszenicy zwyczajnej dla potrzeb *Platformy Żywnościowej* należy przeprowadzić przy wykorzystaniu metod badawczych znormalizowanych stosowanych powszechnie w handlu międzynarodowym:

- wilgotność ziarna wg PN-EN ISO 712 Ziarno zbóż i przetwory zbożowe – Oznaczanie wilgotności – Metoda odwoławcza,
- zanieczyszczenia w ziarnie wg PN-EN 15587 Ziarno zbóż i przetwory zbożowe – Oznaczanie Besatz w pszenicy zwyczajnej (Triticum aestivum L.), pszenicy durum (Triticum durum Desf.), życie (Secale cereale L.) i jęczmieniu paszowym (Hordeum vulgare L.),
- gęstość ziarna w stanie zsypnym wg PN-EN ISO 7971-3 Ziarno zbóż – Oznaczanie gęstości w stanie zsypnym zwanej masą hektolitra – Cz. 3: Metoda rutynowa,
- zawartość białka wg PN-EN ISO 20483 Ziarno zbóż i nasiona roślin strączkowych – Oznaczanie zawartości azotu i przeliczanie na zawartość białka – Metoda Kjeldahla,
- liczba opadania wg PN-EN ISO 3093 Pszenica, żyto i mąki z nich uzyskane, pszenica durum i semolina – Oznaczanie liczby opadania metodą Hagberga-Pertena,
- ocenę organoleptyczną ziarna pszenicy należy przeprowadzić wg PN-R-74013 Ziarno zbóż – Wstępna kontrola jakości i badanie cech organoleptycznych,
- obecność żywych szkodników wg PN-R-74016 Ziarno zbóż – Oznaczanie szkodników, zanieczyszczeń i zaśniecenia.

Uwaga: Należy zawsze stosować najnowsze wydanie danej normy na metody badań wymienione w Katalogu Polskich Norm Aktualnych prowadzonym przez Polski Komitet Normalizacyjny.

Niezależnie od wyżej wymienionych referencyjnych metod badawczych określonych w Polskich Normach, które muszą być stosowane w laboratoriach odwoławczych, w przypadku wilgotności i zawartości białka należy dopuścić stosowanie w laboratoriach przy magazynach autoryzowanych szybkich metod

badania tych wyróżników jakościowych za pomocą urządzeń pomiarowych stosowanych powszechnie w handlu ziarnem zbóż na całym świecie, a mianowicie:

- oznaczanie zawartości białka przy użyciu analizatorów NIR całoziarnowych i tzw. proszkowych, wykorzystujących technikę pomiarową bliskiej podczerwieni (Near Infrared Spectroscopy), wyposażonych w odpowiednie kalibracje,
- oznaczanie wilgotności przy użyciu wilgotnościomierzy zbożowych elektrycznych lub elektronicznych I i II klasy, a także przy użyciu analizatorów NIR całoziarnowych, wykorzystujących technikę pomiarową bliskiej podczerwieni (Near Infrared Spectroscopy).

Analizatory NIR oraz wilgotnościomierze muszą być poddawane okresowym sprawdzeniom zainstalowanych kalibracji zgodnie z zaleceniami producenta użytkowanego sprzętu przez niezależną jednostkę kontrolną posiadającą doświadczenie i kompetencje w przeprowadzaniu takich sprawdzań. Urządzenia NIR i wilgotnościomierze po sprawdzeniu powinny otrzymać „certyfikat" potwierdzający prawidłowość pracy.

Zalecane jest, aby laboratoria przy magazynach zbożowych uczestniczyły w badaniach międzylaboratoryjnych potwierdzających kompetencje laboratorium do wykonywania badań w zakresie oceny ziarna zbóż, zwłaszcza w zakresie wyróżników jakościowych uwzględnionych w standardach jakościowych funkcjonujących w ramach *Platformy Żywnościowej*.

Na potrzeby rozstrzygania sporów dotyczących oceny jakości ziarna pszenicy będącego przedmiotem handlu w systemie *Platformy Żywnościowej* należy przewidzieć procedury dotyczące działań rozjemczych. Laboratoria odwoławcze muszą mieć możliwość oznaczania metodami referencyjnymi wszystkich uwzględnionych w standardzie jakościowym wyróżników jakościowych. Dotyczy to również sytuacji kiedy w magazynach autoryzowanych zawartość białka i wilgotność oznaczane są za pomocą analizatorów techniki NIR lub wilgotnościomierzy.

Rzetelność wykonywania badań w laboratorium odwoławczym powinna być potwierdzona:

- certyfikatem akredytacji w zakresie wskazanych metod badawczych, uwzględnionych w kryteriach jakościowych dla ziarna pszenicy,
- lub certyfikatem laboratorium zatwierdzonego do wykonywania badań w zakresie jakości zbóż wydanym przez niezależną jednostkę, np. GAFTA.

Potwierdzeniem kompetencji laboratorium odwoławczego do wykonywania badań jest również regularny udział w badaniach biegłości oraz uzyskiwanie w tych badaniach zadawalających ocen w zakresie oznaczania wyróżników jakościowych uwzględnionych w standardach jakościowych przyjętych dla ziarna pszenicy dla potrzeb *Platformy Żywnościowej*.

W laboratoriach autoryzowanych magazynów w warunkach przyjmowania partii ziarna do magazynu brak jest możliwości oceny występowania substancji skażających w ziarnie zbóż. Przeprowadzenie badań substancji skażających wskazanych w Rozporządzeniu UE 1881/2006 (z późn. zmianami) w odniesieniu do ziarna pszenicy wymaga posiadania specjalistycznego wyposażenia laboratoryjnego oraz odpowiednio przeszkolonego personelu laboratorium, a także wiąże się z dużą czasochłonnością uzyskania końcowego wyniku tych analiz (niekiedy kilka dni). Laboratoria przy autoryzowanych magazynach mogą korzystać jedynie z tzw. szybkich testów paskowych na oznaczanie niektórych mikotoksyn. Obecnie na rynku zbożowo-młynarskim nie istnieją szybkie testy do oznaczania metali ciężkich i pozostałości pestycydów.

W związku z powyższym, proponuje się aby wzorem lat ubiegłych i wymaganiami określonymi w Rozporządzeniu Delegowanym Komisji (UE) nr 2016/1238 zobowiązującym państwa członkowskie Unii Europejskiej do kontroli oferowanego do zakupu interwencyjnego ziarna zbóż, podmiot prowadzący platformę był odpowiedzialny za przeprowadzanie analizy ryzyka wystąpienia substancji skażających w ziarnie pszenicy pochodzącym z kolejnych lat zbiorów. Celem wyżej wymienionej analizy byłoby określenie zagrożenia wystąpienia poszczególnych rodzajów substancji skażających w ziarnie pszenicy pochodzącym z terenu Polski oferowanym na *Platformie Żywnościowej*. Proponuje się, aby podmiot odpowiedzialny za realizację *Platformy Żywnościowej* zlecał co roku przeprowadzenie analizy ryzyka wystąpienia substancji skażających w ziarnie pszenicy jednostce posiadającej odpowiednie kompetencje do wykonywania badań metodami referencyjnymi oraz doświadczenie w realizacji badań w tym zakresie. Wyniki analizy ryzyka powinny być przekazywane do wiadomości publicznej poprzez publikację na stronie internetowej *Platformy Żywnościowej,* KOWR i MRiRW.

Magazyny zbożowe zobowiązane zostałyby do kontroli oferowanego ziarna zbóż na zawartość substancji skażających, m.in. deoksyniwalenolu (DON), zearalenonu (ZEA), zawartości kadmu (Cd), ołowiu (Pb), oraz pozostałości środków ochrony roślin, na podstawie przeprowadzanej analizy ryzyka wy-

stąpienia tych substancji. Oferowane na *Platformie Żywnościowej* ziarno pszenicy pochodzące z województw, dla których ryzyko wystąpienia danej substancji skażającej określono w danym roku jako wysokie, podlegać będzie obowiązkowemu badaniu na jej zawartość.

Wskazane jest aby w przypadku fizycznej dostawy do autoryzowanego magazynu partii ziarna pszenicy pochodzącego z regionu, w którym ryzyko wystąpienia danej substancji skażającej określono jako wysokie, oferent przedstawiał wyniki badań wykonanych w laboratorium specjalistycznym. Takie obowiązkowe badania powinny być wykonane po pobraniu próbek przez urzędowego próbobiorcę z partii ziarna składowanej jeszcze w magazynie oferenta i ich zbadanie w wyznaczonym do tego celu laboratorium specjalistycznym w zakresie obecności i poziomu zawartości substancji o wysokim ryzyku w danym województwie.

Magazyny autoryzowane powinny przeprowadzać badanie obecności mikotoksyn każdej dostarczanej do magazynu partii ziarna oferowanego na *Platformie Żywnościowej* za pomocą szybkich testów diagnostycznych (np. deoksyniwalenolu, zearalenonu i ochratoksyny A).

Oznaczanie substancji skażających występujących w ziarnie pszenicy, wskazanych w Rozporządzeniu UE nr 1881/2006 z późn. zmianami w laboratorium odwoławczym należy przeprowadzić przy wykorzystaniu następujących metod badawczych:

- ołowiu i kadmu wg PN-EN 14084 Artykuły żywnościowe. Oznaczanie pierwiastków śladowych. Oznaczanie zawartości ołowiu, kadmu, cynku, miedzi i żelaza metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej (AAS) po mineralizacji mikrofalowej,
- deoksyniwalenolu wg PN-EN 15891 Artykuły żywnościowe – Oznaczanie deoksyniwalenolu w zbożach, przetworach zbożowych oraz żywności na bazie zbóż dla niemowląt i małych dzieci – Metoda HPLC z oczyszczaniem na kolumnie powinowactwa immunologicznego i detekcją UV,
- zearalenonu wg PN-EN 15850 Artykuły żywnościowe – Oznaczanie zearalenonu w żywności na bazie kukurydzy dla dzieci, mące jęczmiennej, mące kukurydzianej, polencie, mące pszennej oraz żywności na bazie zbóż dla niemowląt i małych dzieci – Metoda HPLC z oczyszczaniem na kolumnie powinowactwa immunologicznego i detekcją fluorescencyjną,
- aflatoksyn wg PN-EN ISO 16050 Artykuły żywnościowe – Oznaczanie aflatoksyny B1 i sumy aflatoksyn B1, B2, G1 i G2 w zbożach, orzechach i pro-

duktach z nich otrzymanych – Metoda wysokosprawnej chromatografii cieczowej,
- ochratoksyny A wg zwalidowanej metody HPLC,
- WWA wg zwalidowanej metody HPLC,
- dioksyn wg zwalidowanej metody GC-HR/MS,
- formy przetrwalnikowe sporyszu (skleroty) metodą oglądu wizualnego jako element oznaczania zawartości zanieczyszczeń wg PN-EN 15587 Ziarno zbóż i przetwory zbożowe – Oznaczanie Besatz w pszenicy zwyczajnej (*Triticum aestivum* L.), pszenicy durum (*Triticum durum* Desf.), życie (*Secale cereale* L.) i jęczmieniu paszowym (*Hordeum vulgare* L.).

Oznaczenie pozostałości pestycydów należy wykonać według PN-EN 15662 Żywność pochodzenia roślinnego – Multimetoda do oznaczania pozostałości pestycydów z zastosowaniem analizy opartej na GC i LC po ekstrakcji/podziale acetonitrylem i oczyszczaniu metodą dyspersyjnej SPE – Metoda modułowa QuEChERS.

Uwaga: Należy zawsze stosować najnowsze wydanie danej normy na metody badań wymienione w Katalogu Polskich Norm Aktualnych prowadzonym przez Polski Komitet Normalizacyjny.

9.4 Metody próbobrania

Na bazie zapisów normy PN-EN ISO 24333:2012 Ziarno zbóż i przetwory zbożowe – Pobieranie próbek, opracowano procedurę pobierania próbek ziarna pszenicy do stosowania w systemie *Platformy Żywnościowej.*

Próbki ziarna pszenicy będą pobierane w celu zweryfikowania jakości danej partii w stosunku do jakości deklarowanej. Deklaracja ta odnosić się będzie do standardów, które zostały zaproponowane w raporcie nr 2 Instytutu Ekonomiki Rolnictwa i Gospodarki Żywnościowej Państwowy Instytut Badawczy (IERiGŻ-PIB) pt.: „Wymagania jakościowe i klasyfikacja najbardziej perspektywicznych produktów rolno-spożywczych oferowanych na *Platformie Żywnościowej*". W tabeli III.2 zaproponowano wymagania jakościowe w odniesieniu do trzech klas jakościowych ziarna pszenicy (A, B i C).

Autorzy niniejszego opracowania zgadzają się z zaproponowaną w Raporcie IERiGŻ-PIB propozycją powołania Grupy Roboczej ds. Standardów Jako-

ściowych w strukturze projektowanej *Platformy Żywnościowej*. Zadaniem grupy roboczej będzie bieżąca weryfikacja m.in. standardów jakościowych, jak również warunków przyjęcia ziarna do magazynu, a także odbierania partii ziarna z magazynu przez kupującego lub oferenta, w przypadkach gdy partia ziarna nie znajdzie nabywcy.

Wskazane jest, aby osoby, które będą pobierały próbki ziarna pszenicy w systemie *Platformy Żywnościowej* posiadały odpowiednie kwalifikacje oraz uprawnienia rzeczoznawcy próbobrania, poparte zdanym egzaminem w zakresie pobierania próbek ziarna zbóż oraz nasion roślin strączkowych i ich przetworów oraz nasion roślin oleistych. Pobieranie próbek, ustalanie klas jakości określonych artykułów rolno-spożywczych na zlecenie zainteresowanych przedsiębiorców zgodnie z art. 35 ust. 1 ustawy o IJHARS mogą, oprócz pracowników Inspekcji, przeprowadzać tylko osoby posiadające wiedzę praktyczną i teoretyczną z zakresu pobierania próbek artykułów rolno-spożywczych tego rodzaju, potwierdzoną egzaminem zdanym przed komisją kwalifikacyjną powołaną przez Głównego Inspektora i wpisane do rejestru rzeczoznawców (tekst jednolity Dz. U. z 2016, poz. 1604 z późn. zm.).

Zasady przeprowadzenia przed komisją kwalifikacyjną egzaminu dla kandydatów na rzeczoznawców próbobrania uregulowane są w Rozporządzeniu Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi z dnia 18 marca 2016 roku w sprawie nabywania uprawnień do wykonywania niektórych czynności związanych z oceną jakości handlowej artykułów rolno-spożywczych oraz do dokumentowania tych czynności [Dz. U. 2016, poz. 390].

W wyżej wymienionym rozporządzeniu MRiRW w §9 określono wzory protokołów z czynności przeprowadzanych przez rzeczoznawców, w tym w załączniku nr 5 – wzór protokołu z pobrania próbek. Rekomenduje się stosowanie dla potrzeb *Platformy Żywnościowej* tych wzorcowych protokołów dokumentujących pobranie próbek ziarna.

Rekomendacje dotyczące masy oraz liczby próbek pierwotnych i reprezentatywnych niezbędnych do wykonania całościowej oceny zgodności oferowanej partii ziarna pszenicy z wymaganiami określonymi w standardzie jakościowym przyjętym w systemie *Platformy Żywnościowej*:

- w zależności od wielkości oferowanej partii ziarna jest ona dostarczana do magazynu autoryzowanego albo jako jedna partia (25 ton) albo jako kilka partii cząstkowych – każda o masie ok. 25 ton.
- z każdej partii cząstkowej są pobierane dwa rodzaje próbek reprezentatywnych:

- **pierwsza – trzy wtórniki, każdy o masie 2 – 3 kg**; jeden wtórnik przekazywany jest oferentowi, drugi – kierowany jest do magazynu wtórników próbek w magazynie autoryzowanym i będzie wykorzystany w przypadku arbitrażu, a trzeci kierowany jest do laboratorium przy magazynie zbożowym gdzie wykonywana jest ocena zgodności z wymaganiami standardu jakościowego, który jest deklarowany przez oferenta,
- **druga:**
  - **jeden wtórnik o masie około 10 kg w przypadku gdy jest to całkowita dostawa oferowanej partii ziarna** – kierowany jest do magazynu wtórników próbek w magazynie autoryzowanym i w razie podjęcia takiej decyzji przekazywany jest do specjalistycznego laboratorium w celu badania w zakresie obecności wskazanych substancji skażających,
  - **jeden wtórnik o masie w zakresie 2 – 5 kg w zależności od liczby partii cząstkowych całej oferowanej partii ziarna** – służy wraz z analogicznymi próbkami z pozostałych partii cząstkowych do sporządzenia próbki reprezentatywnej całej partii o masie około 10 kg. Dalsze postępowanie analogiczne jak powyżej.
- w laboratorium przy magazynie autoryzowanym wykonywana jest ocena jakości pobranej próbki reprezentatywnej w następującym zakresie:
  - ✓ ocena organoleptyczna,
  - ✓ zawartość zanieczyszczeń – w tym zawartość sklerot sporyszu (uwzględnione w Rozporządzeniu UE nr 1881/2006 z późn. zm.),
  - ✓ gęstość ziarna w stanie zsypnym,
  - ✓ wilgotność,
  - ✓ liczba opadania,
  - ✓ zawartość białka,
  - ✓ zawartość DON – metodą szybką za pomocą testów paskowych,

- próbki pierwotne – o masie wynikającej z typu posiadanego urządzenia są pobierane ze zbiornika transportowego środka transportu (samochodu) o ładowności 25 ton w 8. punktach; zalecany jest schemat tzw. koperty podwójnej. Łączna masa próbek pierwotnych powinna być wystarczająca do sporządzenia próbki ogólnej o masie co najmniej 20 kg. Z tej próbki ogólnej – reprezentatywnej dla partii cząstkowej, należy sporządzić opisane wyżej próbki reprezentatywne: trzy wtórniki o masie 2 – 3 kg i jeden wtórnik o masie 10 kg,

- rekomendowane urządzenie do pobierania próbek: zdalnie sterowane ssące (nazywane także próżniowym).

Rekomendacje dotyczące liczby i masy pobieranych próbek ziarna pszenicy podano zgodnie z zapisami normy PN-EN ISO 24333Ziarno zbóż i przetwory zbożowe – Pobieranie próbek.

9.5 Wyposażenie niezbędne do oceny jakości ziarna pszenicy w laboratorium przy magazynie zbożowym

Rekomendacje dotyczące niezbędnego wyposażenia wykorzystywanego w laboratoriach autoryzowanych magazynów do oceny jakości dla potrzeb realizacji *Platformy Żywnościowej* przedstawiono w tabeli I.31.

W Rozporządzeniu Ministra Rozwoju i Finansów z dnia 13 kwietnia 2017 roku w sprawie rodzajów przyrządów pomiarowych podlegających prawnej kontroli metrologicznej oraz zakresu tej kontroli [Dz. U. 2017, poz. 885] podano wykaz przyrządów pomiarowych podlegających legalizacji. Spośród przyrządów pomiarowych stosowanych w laboratoriach zakładów zbożowych obowiązek legalizacji dotyczy wag różnego typu, odważników oraz gęstościomierzy zbożowych użytkowych z pojemnikami pomiarowymi 1 L i ¼ L. Dowodem legalizacji gęstościomierzy zbożowych użytkowych jest cecha legalizacji lub świadectwo legalizacji. Dowodem legalizacji ponownej wag nieautomatycznych i automatycznych jest cecha legalizacji albo cecha legalizacji i świadectwo legalizacji ponownej.

Przy korzystaniu ze wszystkich urządzeń należy bezwzględnie stosować się do instrukcji producenta i przestrzegać wskazanych w nich procedur użytkowania. W przypadku użytkowania wilgotnościomierzy i analizatorów NIR należy stosować się do zaleceń określonych w rozdziale 5. niniejszego opracowania pt.: „Wyposażenie niezbędne do oceny jakości w laboratorium przy magazynie zbożowym”.

Wskazane jest aby laboratorium dokonywało bieżących sprawdzań wszystkich urządzeń, zgodnie z zapisami odpowiednich norm czynnościowych oraz w instrukcjach producenta. W przypadku analizatorów NIR i wilgotnościomierzy zbożowych zalecane jest regularne (minimum jeden raz w roku) sprawdzanie poprawności działania urządzenia oraz prawidłowości wskazań zainstalowanych kalibracji przez niezależną jednostkę zewnętrzną, posiadającą odpo-

wiednie kompetencje i doświadczenie w atestacji urządzeń tego typu (m.in. powinna mieć akredytowane metody oznaczania wyróżników jakościowych ziarna będących przedmiotem sprawdzania). Potwierdzenie poprawności działania analizatora NIR i wilgotnościomierza zbożowego powinno zostać udokumentowane uzyskaniem „atestu" lub „certyfikatu". Sprawdzanie bieżące wskazań urządzeń w laboratoriach magazynów autoryzowanych powinno odbywać się przy użyciu próbek ziarna z oznaczonymi metodami referencyjnymi wartościami poszczególnych wyróżników jakościowych.

Tabela I.31. Podstawowe wyposażenie laboratoryjne w laboratorium przy magazynie autoryzowanym niezbędne do wykonania oceny poszczególnych wyróżników jakościowych partii ziarna pszenicy uwzględnionych w standardach jakościowych przyjętych w systemie *Platformy Żywnościowej*

Wyróżnik jakościowy	Potrzebny sprzęt laboratoryjny
Wilgotność ziarna	➢ wilgotnościomierz zbożowy elektryczny lub elektroniczny o I lub II klasie dokładności, ➢ analizatory NIR całoziarnowe, pracujące w zakresie bliskiej podczerwieni, ➢ metodą wagową (suszarkową) – do wewnętrznych sprawdzań prawidłowości wskazań wilgotnościomierzy i analizatorów NIR: – rozdrabniacz laboratoryjny, spełniający wymagania w zakresie rozdrobnienia próbki ziarna określone w normie PN-EN ISO 712; – waga analityczna, – suszarka ogrzewana elektrycznie z termoregulacją, naczynka wagowe, eksykator.
Gęstość ziarna w stanie zsypnym	➢ gęstościomierz do zboża (pojemnik pomiarowy 1 lub ¼ l) zgodny z wymaganiami określonymi w normie PN-EN ISO 7971-3, waga techniczna (do rozliczeń finansowych tylko urządzenia posiadające zatwierdzenie typu i legalizację – zgodnie z wymaganiami określonymi w rozporządzeniach Ministra Gospodarki oraz Ministra Rozwoju i Finansów) ➢ inne gęstościomierze, wbudowane w wilgotnościomierze elektryczne lub analizatory NIR całoziarnowe – jeżeli była w odniesieniu do nich przeprowadzona przez GUM procedura zatwierdzenie typu – inaczej mogą być tylko stosowane do pomiaru orientacyjnego; wyniki nie mogą być stosowane przy rozliczeniach finansowych.
Zawartość zanieczyszczeń w ziarnie	- waga analityczna, - rozdzielacz próbek, - zestaw sit o odpowiednich wielkościach.
Liczba opadania	- rozdrabniacz laboratoryjny spełniający wymagania odpowiedniego stopnia rozdrobnienia, zestaw sit o odpowiednich wielkościach nominalnych oczka umożliwiających sprawdzenia granulacji śruty – zgodne z wymaganiami określonymi w normie PN-EN ISO 3093, - waga techniczna, - aparat do oznaczania liczby opadania (z mieszaniem ręcznym lub automatycznym) z mieszadłem o znormalizowanych wymiarach i kształcie, - probówki reakcyjne wraz ze statywem, - woda destylowana, - dozownik lub pipeta umożliwiające dozowanie określonej ilości wody destylowanej,
Zawartość białka	➢ za pomocą analizatora NIR: - przy urządzeniu typu proszkowego – rozdrabniacz laboratoryjny spełniający wymagania odpowiedniego stopnia rozdrobnienia,
Ocena organoleptyczna ziarna	- odpowiednie stanowisko zapewniające środowisko obojętne pod względem oddziaływania zapachów i światła barwnego, dostęp do płaskiej, gładkiej powierzchni o jednolitej jasnej barwie, - lupa – powiększenie 10x;
Oznaczanie obecności DON	➢ metoda szybka orientacyjna z wykorzystaniem testów paskowych.

Kontrola pracy urządzeń może być przeprowadzana również w ramach uczestnictwa w badaniach międzylaboratoryjnych (badaniach biegłości). Uczestnictwo w badaniach międzylaboratoryjnych umożliwia uzyskanie potwierdzenia prawidłowego stosowania metod znormalizowanych przez personel laboratorium oraz prawidłowego działania sprzętu laboratoryjnego, a także zwiększenie profesjonalizmu personelu laboratorium. Udział w badaniach biegłości umożliwia również korzystanie z próbek przekazanych do badań jako „niecertyfikowanego materiału referencyjnego" do bieżącej, codziennej kontroli wskazań analizatora NIR w zakresie kalibracji na oznaczanie zawartości białka.

W przypadku laboratoriów odwoławczych proponowane są następujące kryteria:

- laboratoria powinny wykonywać badania według metod referencyjnych wskazanych w punkcie 9.3. niniejszego opracowania,
- laboratoria powinny posiadać wyposażenie wskazane w tabeli I.31 niezbędne do przeprowadzania oceny podstawowych wyróżników jakosciowych, takich jak: wilgotność ziarna, ocena cech organoleptycznych, ocena zanieczyszczeń, liczba opadania, gęstość ziarna w stanie zsypnym. Niedopuszczalne jest oznaczanie wilgotności ziarna za pomocą wilgotnościomierzy zbożowych i/lub analizatorów NIR oraz zawartości białka za pomocą analizatorów NR,
- laboratoria odwoławcze powinny posiadać niezbędną aparaturę badawczą opisaną w metodach referencyjnych w zakresie podstawowych wyróżników jakościowych, jak i substancji skażających wskazanych w punkcie 9.3. niniejszego opracowania,
- wskazane jest, aby laboratoria odwoławcze posiadały akredytację na metody badań stosowane do oceny jakości ziarna pszenicy w systemie funkcjonowania *Platformy Żywnościowej* lub posiadały certyfikat niezależnej jednostki, np. GAFTA, jako laboratorium zatwierdzone do wykonywania oceny ziarna zbóż,
- laboratoria powinny uczestniczyć w badaniach biegłości potwierdzających ich kompetencje do wykonywania badań uwzględnionych w systemie funkcjonowania *Platformy Żywnościowej*.

W każdym laboratorium na stanowiskach oznaczania poszczególnych wyróżników jakościowych powinny znaleźć się również materiały pomocnicze, tj. różnego rodzaju metalowe łopatki, szufelki, łyżki, tacki do naważania próbek

śruty całoziarnowej przy oznaczaniu liczby opadania, pieluchy tetrowe do osuszania sprzętu laboratoryjnego, szczotki do czyszczenia szkła laboratoryjnego, pędzle do młynków laboratoryjnych itp. Laboratorium powinno posiadać również pudełka lub torebki foliowe (koperty bezpieczne), które zabezpieczają pobraną do badań próbkę ziarna przed czynnikami zewnętrznymi i umożliwiają jej przechowywanie do analiz w przypadku badań w laboratorium odwoławczym.

9.6 Opakowanie

W zakresie opakowania nie określono rekomendacji dla ziarna zbóż, ponieważ w systemie *Platformy Żywnościowej* ziarno będzie zarówno transportowane (samochodami, wagonami kolejowymi, barkami), jak i przechowywane w magazynach luzem, w sposób zapewniający ochronę ziarna przed skażeniem i obniżeniem cech jakościowych.

W systemie *Platformy żywnościowej* będzie odbywał się handel ziarnem pszenicy przeznaczonym do przetwórstwa na cele konsumpcyjne i na cele paszowe. W obu przypadkach, jednostki prowadzące działalność w tym zakresie są jednostkami „biznesu żywnościowego", zobowiązanymi zgodnie z art. 5 Rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 852/2004 z dn. 29 kwietnia 2004 r. w sprawie higieny środków spożywczych, do wdrożenia systemu zapewnienia bezpieczeństwa zdrowotnego żywności w oparciu o zasady systemu HACCP.

W świetle powyższego, magazyny zbożowe autoryzowane dla potrzeb *Platformy żywnościowej* muszą mieć wdrożony system HACCP, zgodnie z wymaganiami Rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 852/2004, a także w celu potwierdzenia kompetencji danego magazynu do przechowywania ziarna zgodnie z GMP.

9.7 Znakowanie

Należy sporządzić plan magazynu z jednoznacznym i widocznym oznakowaniem co najmniej w autoryzowanej części wydzielonej na potrzeby składowania dla potrzeb systemu *Platformy Żywnościowej* poszczególnych przestrzeni składowych, tj.:

- poszczególnych komór w magazynach komorowych,

- poszczególnych pryzm lub sąsieków w magazynach płaskich (podłogowych).

Niezbędne jest bardzo wyraźne wyróżnienie przestrzeni magazynowych, w których będą składowane partie ziarna o określonym standardzie jakościowym. Standard jakościowy będzie deklarowany przez oferenta w składanej ofercie i weryfikowany poprzez wyniki badań dokonanych w laboratorium przy magazynie autoryzowanym próbki reprezentatywnej, sporządzonej w efekcie próbobrania dotyczącego danej cząstkowej partii ziarna znajdującej się na środku transportu. Przyjęcie fizyczne partii ziarna do magazynu może nastąpić dopiero po zweryfikowaniu, że dana partia ziarna (całkowita lub cząstkowa) spełnia wszystkie wymagania jakościowe określone w deklarowanym dla danej partii ziarna standardzie.

Oznakowanie poszczególnych partii ziarna będzie ustalane w momencie składania oferty przez jednostkę sprzedającą. Oferta powinna być składana na określonym formularzu – najlepiej w wersji elektronicznej – który będzie zawierał odpowiednie rubryki. Ich wypełnienie przez oferenta powinno automatycznie utworzyć kod oznakowania danej partii ziarna. W zależności od podjętych ustaleń kod ten powinien zawierać następujące informacje w poniższej kolejności:

- nazwę produktu – ziarno pszenicy,
- standard jakościowy ziarna pszenicy – jeden z trzech proponowanych w postaci symbolu z podstawową informacją wyróżniającą tę klasę jakościową, np. „A – białko ponad 14,5”,
- masę oferowanej partii ziarna w tonach albo jako „n *x* 25 ton”,
- nazwę oferenta – do ustalenia czy ma to być nazwa i miejscowość oferenta czy tez symbol nadany jednostce, która uzyskała prawo składania ofert (kupna lub sprzedaży) i jest wpisana na listę uczestników *Platformy Żywnościowej*,
- datę złożenia oferty lub określenie daty przetargu, którego ma być przedmiotem.

9.8 Warunki przechowywania

Propozycje i zalecenia dotyczące warunków przechowywania ziarna pszenicy dla celów *Platformy Żywnościowej*:

- dla celów projektu mogą być wykorzystywane wszystkie rodzaje magazynów zbożowych (elewatory żelbetonowe, stalowe, zbiorniki metalowe lub magazyny podłogowe) pod warunkiem spełnienia przedstawionych wymagań,
- podstawowym wymaganiem jest to, że magazyn zbożowy musi spełniać wszelkie wymogi techniczne i technologiczne niezbędne dla tego typu obiektu oraz, że jest w dobrym stanie technicznym ze sprawnymi urządzeniami transportowymi i technologicznymi,
- środki transportowe powinny być czyste i wolne od grzybów, insektów i innych zanieczyszczających materiałów. Jeśli to niezbędne, środki transportowe powinny zostać wyczyszczone i zdezynfekowane przed użyciem. Przydatne może być zastosowanie zarejestrowanych fumigantów lub insektycydów. Środki transportowe powinny być zabezpieczony przed dostępem myszy i szczurów,
- pomieszczenie magazynu zbożowego musi być suche, dobrze wentylowane, zabezpieczone przed deszczem, przeciekaniem wody gruntowej, dostępem gryzoni i ptaków oraz zmianami temperatury,
- należy stosować dobre praktyki produkcyjne/przechowalniane celem ograniczenia obecności szkodników zbożowych i grzybów na terenie magazynu zbożowego. Mogą one uwzględniać zastosowanie odpowiednich rejestrowanych insektycydów i fungicydów lub odpowiednich metod alternatywnych. Należy zachować ostrożność przy wyborze środków chemicznych, które nie powinny interferować lub powodować szkody w ostatecznym wykorzystaniu ziarna i powinny być ściśle limitowane,
- nie dopuszcza się stosowania środków konserwujących do ziarna znajdującego się w autoryzowanym magazynie,
- dopuszczone jest natomiast stosowanie środków chemicznych w celu przygotowania magazynu do przyjęcia kolejnych partii ziarna. Stosowanie środków chemicznych należy przeprowadzać według szczegółowej instrukcji stosowania podanej na etykiecie wybranego preparatu przez osoby odpowiednio przeszkolone,
- przed zasypaniem nowym ziarnem, komory elewatorów, zbiorniki metalowe lub magazyny podłogowe powinny być sprawdzone i jeżeli jest taka potrzeba wyczyszczone tak aby nie zalegały w nich zanieczyszczenia, które mogą spowodować wtórne skażenie ziarna mikotoksynami. Dotyczy to również urządzeń technicznych, wykorzystywanych przy przyjęciu i wydaniu ziarna,

- jeśli to możliwe, zaleca się napowietrzanie ziarna poprzez aktywne wietrzenie, w celu utrzymania właściwej i jednolitej temperatury w całej masie składowanego zboża. Należy sprawdzać temperaturę składowanego ziarna w regularnych odstępach czasu podczas całego okresu składowania,
- zaleca się, aby magazyn zbożowy dla potrzeb niniejszego projektu był wyposażony w samochodowe wagi platformowe o minimalnej nośności 50 ton minimalna wielkość partii ziarna (jako minimalny ładunek na jednym środku transportu) dostarczana do magazynu powinna wynosić 25 ton,
- w magazynie zbożowym powinna być wystarczająca liczba odrębnych pojemności magazynowych, tak aby była możliwość składowania w nim wielu odrębnych partii ziarna,
- minimalna całkowita powierzchnia przechowalnicza magazynu zbożowego oferowana na potrzeby *Platformy Żywnościowej* powinna wynosić 5 000 ton,
- minimalna dobowa wydajność przyjęcia i wydania ziarna zboża do magazynu zbożowego powinna być na poziomie 1200 ton/dobę,
- w magazynie powinny być dostępne aktualne plany pomieszczeń magazynowych wraz z podaniem ich wymiarów, na podstawie których istnieje możliwość dokonania pomiaru objętości przechowywanego w nich zboża,
- w magazynie powinna być zatrudniona wykwalifikowana kadra, w tym rzeczoznawca w zakresie pobierania próbek zboża,
- w magazynie powinny być zapewnione techniczne możliwości do oddzielnego składowania ziarna poszczególnych klas jakościowych oraz ważenia przyjmowanego i wydawanego zboża na różnych środkach transportu,
- w magazynie powinien być prowadzony komputerowy rejestr operacji magazynowych dla każdej dostawy zboża. Prowadzony rejestr powinien zawierać informacje o kliencie-zleceniodawcy, dotyczące daty, ilości i jakości zboża przyjętego, przechowywanego i wydanego. Wprowadzanie informacji do rejestru musi być dokonywane na bieżąco, w momencie ich pozyskania,
- kosze zasypowe, jak i punkty wydania ziarna, powinny być zabudowane tak, aby była możliwość przyjęcia i wydania ziarna w każdych warunkach pogodowych,
- dla zabezpieczenia jakości ziarna zaleca się aby jego temperatura w okresie do końca października nie była wyższa niż 15^{o}C, zaś od pierwszego listopada – nie wyższa niż 10^{o}C. Składowane ziarno pszenicy, przeznaczonej do przemiału nie powinno mieć temperatury poniżej 0^{o}C gdyż utrudnia to jego na-

wilżenie przed przemiałem w młynie, które jest niezbędne aby uzyskać mąkę o właściwym wyciągu i jakości technologicznej,

- wskazane jest aby w magazynach zaakceptowanych do celu niniejszego projektu były zainstalowane wialnie zbożowe, suszarki ziarna oraz urządzenia do wietrzenia i pomiaru temperatury ziarna co wskazuje na wysoki poziom techniczny magazynu zbożowego oraz pozwala na podjęcie odpowiednich zabiegów konserwacyjnych ziarna w przypadku zaistnienie nieprzewidywanych sytuacji,
- proponuje się co najmniej stosowanie rozliczeń składowanej ogółem masy ziarna w części autoryzowanej magazynu przy rozliczeniach wewnętrznych z uwzględnieniem ubytków, takich jak: „osuszka lub zawilgocenie ziarna" oraz „naturalny ubytek mechaniczny" zgodnie z niżej przedstawionymi zasadami:
  - do rozliczenia masy składowanego ziarna w pierwszej kolejności należy uwzględnić rozliczenie powstałej osuszki lub zawilgocenia ziarna obliczone zgodnie z niżej przedstawionym wzorem:

$$O = \frac{M_P \times (W_P - W_K)}{100 - W_K}$$

$$Z = \frac{M_P \times (W_K - W_P)}{100 - W_K}$$

w których:

O – osuszka,

Z – zawilgocenie,

M_P – ciężar zaprzychodowanego ziarna za okres międzyinwentaryzacyjny, łącznie ze stanem początkowym,

W_P – średnioważona wilgotność ziarna zaprzychodowanego łącznie ze stanem początkowym,

W_K – średnioważona wilgotność ziarna zaprzychodowanego łącznie ze stanem końcowym.

  - naturalny ubytek mechaniczny jest to strata masy ziarna spowodowana czynnościami manipulacyjnymi obejmującymi: przyjmowanie, przemieszczanie, wydanie, czyszczenie, aktywne wietrzenie i przeprowadzanie innych zabiegów konserwacyjnych (z wyjątkiem termicznego suszenia), odchylenie oceny wilgotności

i masy fizycznej ziarna wraz z dopuszczalnymi obiegowymi uchybieniami wag i oblicza się według poniższego wzoru:

$$U_N = \frac{M_Z \times N}{100}$$

w którym:

U_N – ubytek naturalny mechaniczny w granicach normy w kg,

M_Z – masa zaprzychodowanego ziarna, przyjęta do składowania w okresie międzyinwentaryzacyjnym,

N – przyjęta dla potrzeb *Platformy Żywnościowej* norma ubytku naturalnego mechanicznego wynosząca 0,3%.

Należy pamiętać, że:

1. Normy wyżej wymienionych ubytków naturalnych nie stosuje się do rozliczenia strat ilościowych spowodowanych:
   1) zepsuciem lub zniszczeniem w wyniku niewłaściwego przechowywania, suszenia lub braku dbałości,
   2) przyczynami losowymi, nieszczęśliwymi wypadkami i kradzieżami,
   3) nieprzestrzeganiem innych wymagań i postanowień określonych w zasadach obowiązujących w systemie funkcjonowania *Platformy Żywnościowej*.
2. Niedozwolone jest:
   1) odpisywanie „z góry” ubytków naturalnych bez uprzedniego ich stwierdzenia,
   2) odpisywanie ubytków naturalnych w wysokości przekraczającej ubytki rzeczywiście stwierdzone.

LITERATURA

[1.] AACC Method 56-81.03 Determination of Falling Number.
[2.] AACCI Method 64-70.02 Manual Sampling of Wheat and Other Whole Grains.
[3.] Biskupski M., Łysak J., Strutyńska K., Tkaczyk R. (1972). Suszarnie zbożowe i urządzenia do aktywnego wietrzenia. Wydawnictwo Naukowo-Techniczne. Warszawa.
[4.] Bogaczyński K. (red.) (1995). Poradnik młynarza. Instytut Wydawniczy „GRAVIS" Toruń.
[5.] Dzieduszycki W. (1954). Metody badań zboża, mąki i chleba. Wydawnictwo Przemysłu Lekkiego. Warszawa.
[6.] EURONEXT instruction – Special rules and regulations governing the No. 2 milling wheat futures contract.
[7.] Finney P. L., Brains G. S. (1999). Protein functionality differences in Eastern U.S. soft wheat cultivars and interrelation with end-use quality tests. Lebensm.-Wiss. U.-Technol. 32: 406-415.
[8.] Fredo A., Szafrańska A., Stępniewska S. (2016). Czynniki wpływające na wynik oznaczania liczby opadania. W: XXXVII Konferencja w Krynicy Morskiej „Kontrola jakości w obrocie i przetwórstwie ziarna zbóż", Krynica Morska 1-4 czerwca 2016 r.: 63-65, Wydawnictwo IBPRS, Warszawa.
[9.] Gaines C.S., Frégeau Reid J., Vander Kant C., Morris C.F. (2006). Comparison of Methods for Gluten Strength Assessment. Cereal Chemistry 83(3): 284-286.
[10.] Gąsiorowski H. (red.) (2004). Pszenica – chemia i technologia, Państwowe Wydawnictwo Rolnicze i Leśne. Poznań.
[11.] Gianibelli M.C., Larroque O.R., MacRitchie F., Wrigley C.W. (2001). Biochemical, genetic and molecular characterization of wheat endosperm proteins. Cereal Chemistry 78(6): 635-646.
[12.] Górniak W., Rothkaehl J. (1999). Wymagania jakościowe dla ziarna pszenicy. Przegl. Zboż.–Młyn. 43, 2: 22-23.
[13.] Górniak W., Rothkaehl J., Szafrańska A. (2018). Szkolenie w zakresie technologii prawidłowego przechowywania ziarna zbóż oraz analizy ryzyka występowania substancji skażających w ziarnie zbóż. Materiały szkoleniowe. Maszynopis ZPZiP IBPRS. Warszawa.

[14.] Gregorczyk A., Smagacz J., Stankowski S., Fiejtek A. (2008). Ocena współzależności cech technologicznych pszenicy ozimej. Acta Sci. Pol., Agricultura 7(3): 65-71.
[15.] HGCA Grain storage guide for cereals and oilseeds. [https://cereals.ahdb.org.uk/media/178349/g52_grain_storage_guide_3rd_edition.pdf] dostęp: 21.09.2018.
[16.] Hruškova M., Švec I., Jirsa O. (2006). Correlation between milling and baking parameters of wheat varieties. Journal of Food Engineering 77: 439-444.
[17.] ICC 107/1: 1995 Determination of the "Falling Number" according to Hagberg – as a Measure of the Degree of Alpha-Amylase Activity in Grain and Flour.
[18.] ISO/TR 29263 Cereals and cereal products – Sampling studies [Ziarno zbóż i przetwory zbożowe – Badania dotyczące pobierania próbek].
[19.] Jakubczyk T. (1971). Surowce i materiały pomocnicze w przetwórstwie zbożowym. Państwowe Wydawnictwa Szkolnictwa Zawodowego. Warszawa.
[20.] Jakubczyk T., Haber T. (red.) (1983). Analiza zbóż i przetworów zbożowych. Skrypt Szkoły Głównej Gospodarstwa Wiejskiego - Akademii Rolniczej w Warszawie.
[21.] Jankowski S. (1958). Zarys technologii zbóż. Cz. 1. Towaroznawstwo i przechowalnictwo. PWN Łódź-Poznań.
[22.] Jurga R. (1994). Przetwórstwo zbóż. Część 1. WSiP. Warszawa.
[23.] Jurga R. (1994). Wartość technologiczna ziarna pszenicy, Przegl. Zboż.-Młyn., 38(2): 19-21.
[24.] Jurga R. (2003). Przemiał ziarna pszenicy. Część 29. Charakterystyka jakościowa mąki pszennej. Przegl. Zboż.-Młyn. 47(6): 35-38.
[25.] Kluge T., Stefański L., Steinborn W., Woroch S. (1963). Technologia młynarstwa. Część pierwsza. Wydawnictwo Przemysłu Lekkiego i Spożywczego. Warszawa.
[26.] Nawrot J. (2003). Klucz do rozpoznawania stadiów larwalnych szkodników magazynowych. Themar Import-Eksport sp. z o.o. Warszawa.
[27.] Nawrot J. (2001). Owady – szkodniki magazynowe. Themar Import-Eksport sp. z o.o. Warszawa.
[28.] OIML Recomendation 146 Edition 2016 „Protein measuring instruments for cereal grain and oilseeds”.

[29.] PN-A-74041:19774 Ziarno zbóż i przetwory zbożowe -- Oznaczanie ilości i jakości glutenu.
[30.] PN-EN ISO 542:1997 Nasiona oleiste - Pobieranie próbek.
[31.] PN-EN ISO 664:2010 Nasiona oleiste - Zmniejszenie próbki laboratoryjnej do próbki do badań.
[32.] PN-EN ISO 3093:2010 Pszenica, żyto i mąki z nich uzyskane, pszenica durum i semolina - Oznaczanie liczby opadania metodą Hagberga-Pertena.
[33.] PN-EN ISO 5529:2010 Pszenica – Oznaczanie wskaźnika sedymentacyjnego – Test Zeleny'ego. PN-EN ISO 12099:2010 Pasze, ziarno zbóż i produkty przemiału – Wytyczne stosowania spektrometrii bliskiej podczerwieni.
[34.] PN-ISO 7700-1:2014-06 Produkty żywnościowe – Sprawdzanie wzorcowania wilgotnościomierzy użytkowych – część I: Wilgotnościomierze do ziarna zbóż.
[35.] PN-EN ISO 7971-3 Ziarno zbóż – Oznaczanie gęstości w stanie zsypnym, zwanej masą hektolitra. Część 3: Metoda rutynowa.
[36.] PN-EN ISO 15587+AC:2009 Ziarno zbóż i przetwory zbożowe – Oznaczanie Besatz w pszenicy zwyczajnej (*Triticum aestivum* L.), pszenicy durum (*Tritucum durum* Desf.), życie (*Secale cereale* L.) i jęczmieniu paszowym (*Hordeum vulgare* L.).
[37.] PN-EN ISO 20483:2014-02 Ziarno zbóż i nasiona roślin strączkowych – Oznaczanie zawartości azotu i przeliczanie na zawartość białka – Metoda Kjeldahla.
[38.] PN-EN ISO 24333:2012 Ziarno zbóż i przetwory zbożowe – Pobieranie próbek.
[39.] PN-ISO 6322-1:1999 Przechowywanie ziarna zbóż i roślin strączkowych – Ogólne zalecenia dotyczące składowania ziarna zbóż.
[40.] PN-ISO 6322-2:2002 Przechowywanie ziarna zbóż i roślin strączkowych – Część 2: Praktyczne zalecenia.
[41.] PN-ISO 6322-3:2001 Przechowywanie ziarna zbóż i roślin strączkowych – Część 3: Sprawdzanie porażenia przez szkodniki.
[42.] PN-ISO 7700-1:2014-06 Produkty żywnościowe – Sprawdzanie wzorcowania wilgotnościomierzy użytkowych – część I: Wilgotnościomierze do ziarna zbóż.
[43.] PN-R-66149:1997 Ziarno roślin oleistych – Ocena organoleptyczna.
[44.] PN-R-74013:2012 Ziarno zbóż – Wstępna kontrola jakości i badanie cech organoleptycznych.

[45.] Rani K.U., Prasado Rao U.J.S., Leelavathi K., Haridas Rao P. (2001). Distribution of enzymes in wheat flour mill streams. Journal of Cereal Science 34: 233-242.
[46.] Rothkaehl J. (2000). Ocena stopnia aktywności *alfa*-amylazy przy zastosowaniu amylografu. Przegl. Zboż.-Młyn. 21-23.
[47.] Rothkaehl J. (2015a). Ocena podstawowych cech technologicznych ziarna pszenicy ze zbiorów 2014 r. Przegl. Zboż.-Młyn. 58(3): 2-8.
[48.] Rothkaehl J. (2015b). Ziarno pszenicy – zawartość białka a ilość glutenu. W: XXXVI Konferencja w Krynicy Morskiej „Parametry oceny jakości ziarna zbóż i mąki do produkcji wyrobów piekarsko-ciastkarskich", 35-36.
[49.] Rothkaehl, J., Górniak W., Ambroziak Z. (2000). Przewodnik Dobrej Praktyki Produkcyjnej (GMP) dla zakładów przetwórstwa zbożowo-młynarskiego. Fundacja Programów Pomocy dla Rolnictwa (FAPA), Warszawa.
[50.] Rothkaehl, J., Górniak W., Ambroziak Z. (2000). Przewodnik wdrażania systemu HACCP w zakładach przetwórstwa zbożowo-młynarskiego. Fundacja Programów Pomocy dla Rolnictwa (FAPA), Warszawa.
[51.] Rothkaehl J., Majdak H. (1998). Analiza przyczyn powstawania błędów przy wykonywaniu oznaczania liczby opadania według normy PN-ISO 3093:1996 Zboża – Oznaczanie liczby opadania. Maszynopis CLTPiPZ Warszawa.
[52.] Słowik E. (2006). Ocena jakości mąki – przegląd najczęściej stosowanych metod badania mąki (cz. 1). Przegląd Piekarski i Cukierniczy 54(11): 14-18.
[53.] Szafrańska A. (2013). Zastosowanie tradycyjnych i nowoczesnych technik do oceny krajowych mąk pszennych. Praca doktorska. Warszawa.
[54.] Szafrańska A. (2016). Zmiany wartości technologicznej ziarna pszenicy w trakcie dojrzewania pożniwnego. W XXXVII Konferencja w Krynicy Morskiej „Kontrola jakości w obrocie i przetwórstwie ziarna zbóż" Krynica Morska 1-4 czerwca 2016 r.: 38-40. Wydawn. IBPRS Warszawa.
[55.] Szafrańska A., Rothkaehl J. (2011). Liczba opadania a maksymalna lepkość kleiku skrobiowego mąki pszennej. Przegl. Zboż.-Młyn. 55(10):6-7.
[56.] Tkaczyk R. (1980). Technologia zagospodarowania i przechowywania ziarna w spichrzach zbożowych. Centrala Przemysłu Zbożowo-Młynarskiego „PZZ". Warszawa.
[57.] USDA (1999). Inspecting grain. Practical procedures for grain handlers. United States Department of Agriculture. Grain Inspection, Packers and Stockyards Administration, Federal Grain Inspection Service.

AKTY PRAWNE

[58.] Obwieszczenie Marszałka Sejmu Rzeczypospolitej Polskiej z dnia 8 września 2016 r. w sprawie ogłoszenia jednolitego tekstu ustawy o jakości handlowej artykułów rolno-spożywczych [Dz. U. z 2016, poz. 1604 z późn. zm.].

[59.] Rozporządzenie Delegowane Komisji (UE) 2016/1238 z dnia 18 maja 2016 r. uzupełniające Rozporządzenie Parlamentu Europejskiego i Rady (UE) nr 1308/2013 w odniesieniu do interwencji publicznej i dopłat do prywatnego przechowywania określone zostały kryteria kwalifikowalności dla zbóż [Dz.U. UE 2016, L 206/15].

[60.] Rozporządzenie (WE) nr 396/2005 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 23 lutego 2005 r. w sprawie najwyższych dopuszczalnych poziomów pozostałości pestycydów w żywności i paszy pochodzenia roślinnego i zwierzęcego oraz na ich powierzchni, zmieniające dyrektywę Rady 91/414/EWG [Dz.U. WE 2005, L 70/1].

[61.] Rozporządzenie Komisji (WE) NR 401/2006 z dnia 23 lutego 2006 roku ustanawiające metody pobierania próbek i analizy do celów urzędowej kontroli poziomów mikotoksyn w środkach spożywczych [Dz.U. UE 2006, L70/12].

[62.] Rozporządzenie Komisji (WE) nr 687/2008 z dnia 18 lipca 2008 r. ustanawiającego procedury przejęcia zbóż przez agencje płatnicze lub agencje interwencyjne oraz metody analizy do oznaczania jakości zbóż [Dz.U. UE 2008, L192/20].

[63.] Rozporządzenie Komisji UE Nr 742/2010 z dnia 17 sierpnia 2010 r. zmieniające Rozporządzenie Komisji (UE) nr 1272/2009 ustanawiające wspólne szczegółowe zasady wykonania Rozporządzenia Rady (WE) nr 1234/2007 w odniesieniu do zakupu i sprzedaży produktów rolnych w ramach interwencji publicznej [Dz.U. UE 2010, L217/4].

[64.] Rozporządzenie Komisji (WE) nr 1881/2006 z dnia 19 grudnia 2006 r. ustalające najwyższe dopuszczalne poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych [Dz.U. UE 2006, L 364/5].

[65.] Rozporządzenie Ministra Gospodarki z dnia 31 stycznia 2008 r. w sprawie wymagań, którym powinny odpowiadać wagi nieautomatyczne, oraz szczegółowego zakresu sprawdzeń wykonywanych podczas prawnej kontroli metrologicznej tych przyrządów pomiarowych. [Dz. Ustaw nr 26, 2008 r., poz.152].

[66.] Rozporządzeniu Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi z dnia 18 marca 2016 roku w sprawie nabywania uprawnień do wykonywania niektórych czynności związanych z oceną jakości handlowej artykułów rolno-spożywczych oraz do dokumentowania tych czynności [Dz. U. 2016, poz. 390].

[67.] Rozporządzenie Ministra Rozwoju i Finansów z dnia 13 kwietnia 2017 roku w sprawie rodzajów przyrządów pomiarowych podlegających prawnej kontroli metrologicznej oraz zakresu tej kontroli [Dz. U. 2017, poz. 885].

[68.] Rozporządzenie Rady (EWG) nr 315/93 z dnia 8 lutego 1993 r. ustanawiające procedury Wspólnoty w odniesieniu do substancji skażających w żywności [Dz.U. EWG 1993, L 37/1].

[69.] Rozporządzenie Wykonawcze Komisji (UE) 2016/1240 z dnia 18 maja 2016 r. ustalające zasady stosowania Rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (UE) nr 1308/2013 w odniesieniu do interwencji publicznej i dopłat do prywatnego przechowywania [Dz.U. UE 2016, L206/71].

[70.] Ustawa z dnia 11 maja 2001 roku Prawo o miarach [Dz. U. z 2018 r. poz. 376 – opublikowany tekst jednolity ustawy].

[71.] Ustawa z dnia 8 marca 2013 r. o środkach ochrony roślin [Dz. U. z 2018 r. poz. 1310 – opublikowany tekst jednolity ustawy].

[72.] Zalecenie Komisji z dnia 17 sierpnia 2006 r. w sprawie zapobiegania występowaniu i ograniczania występowania toksyn *Fusarium* w zbożach i produktach zbożowych [Dz.U. UE 2006, L229/7].

[73.] Zarządzenie Ministra Rolnictwa, Leśnictwa i Gospodarki Żywnościowej z dnia 12 grudnia 1986 roku w sprawie krajowych norm ubytków naturalnych niektórych artykułów rolno-spożywczych podczas przechowywania [MP Nr 2 z dnia 4.02.1987r.].

II. CUKIER

Wstęp

Cukier biały jest naturalnym środkiem spożywczym o wysokiej czystości, zawiera co najmniej 99,7% sacharozy. Proces technologiczny produkcji sacharozy z buraków cukrowych jest jednym z nielicznych, w którym bezpośrednio z surowca otrzymuje się w skali przemysłowej związek chemiczny o wysokiej czystości, wykorzystywany jako substrat w wielu gałęziach przemysłu takich jak m.in.: farmacja, gorzelnictwo, cukiernictwo, winiarstwo, przetwórstwo owocowo-warzywne.

Cukier biały produkowany aktualnie w Polsce spełnia wymagania norm polskich i europejskich. Pomimo tego, a zwłaszcza w związku ze znaczną nadprodukcją cukru w Europie i na świecie, o atrakcyjności cukru dla odbiorcy decydują nawet niewielkie różnice w jakości tego wyrobu. Potrzeba wnikliwszej oceny jakości cukru wynika głównie z rosnących wymagań większych odbiorców przemysłowych, bezpieczeństwa zdrowotnego oraz doskonalonych norm polskich i europejskich. Standaryzacją metod analitycznych i eliminacją ich niedoskonałości w przemyśle cukrowniczym zajmuje się międzynarodowa organizacja – ICUMSA (International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis) za pomocą komitetów krajowych.

Cukrownictwo jest branżą przemysłu, która produkuje cukier z buraków lub trzciny cukrowej. W strefie klimatu umiarkowanego, a w tym i w Polsce, surowcem cukrowniczym są wyłącznie buraki cukrowe. W Polsce jest również rafinowany surowy cukier trzcinowy, pochodzący z importu. Przedmiotem analizy będzie jedynie cukier biału.

Procesy technologiczne w cukrownictwie można usystematyzować przez zgrupowanie ich w kilku oddziałach produkcyjnych, a mianowicie:

- oddział przygotowania buraków do przerobu,
- oddział otrzymywania i oczyszczania soków cukrowniczych,
- oddział zatężania soków,
- oddział krystalizacji i wydzielania cukru,
- oddział produkcji rafinady,
- oddział przetwórstwa wysłodków,
- oddział przygotowania wapna i gazu saturacyjnego.

Czynnikami decydującymi o jakości produktu końcowego są:

- wartość technologiczna buraków,
- wyniki głównych procesów jednostkowych, do których zaliczyć należy: ekstrakcję, oczyszczanie soku surowego i zagęszczanie (niskie zabarwienie oraz wysoka czystość, klarowność i termostabilność soku gęstego), technikę krystalizacji (szybkie gotowanie cukrzyc I i II, gotowanie kryształów cukrzycy I, jednorodnej granulacji, nieprzetrzymywanie cukrzyc w mieszadłach), rozdział faz (całkowite usunięcie syropu powierzchniowego) i suszenie cukru oraz obróbkę wykończająca.

Idealnym surowcem dla przemysłu cukrowniczego są buraki o jak najwyższej wartości technologicznej, czyli o jak najwyższej zawartości cukru i jak najniższej zawartości potasu, sodu i azotu α-aminokwasowego. O wyprodukowaniu buraków o takich parametrach decydują: genetyczne właściwości odmiany, sposób przygotowania nasion, całokształt zabiegów związanych z agrotechniką. Przemysłowy korzeń powinien być zdrowy, o naturalnym zabarwieniu i kształcie i nie powinien być zwiędnięty albo przemarznięty.

Dla odbiorców cukru znaczenie mają nie tylko właściwości fizyczne i chemiczne, ale także przyzwyczajenia konsumentów, okresowe mody, aspekt ekonomiczny czy też stopień nasycenia rynku. Za główne kryteria jakościowe cukru białego przeznaczonego bezpośrednio do konsumpcji można uznać: zabarwienie, połysk, granulację oraz wilgotność kryształów. Dla jakości cukru przeznaczonego do przetwórstwa przemysłowego są istotne: zabarwienie i mętność roztworu cukru, zawartość popiołu konduktometrycznego, zawartość substancji nierozpuszczalnych, dwutlenku siarki oraz czystość mikrobiologiczna.

Wymagania jakościowe dla cukru białego są zawarte w normie przedmiotowej znowelizowanej w 1996 r., zmienionej w 2005 r. (PN-A-74850:1996 i PN-A-74850:1996/Az1:2005) i Rozporządzeniu Parlamentu Europejskiego i Rady (UE) NR 1308/2013 z dnia 17 grudnia 2013 r. Wymagania dla cukru zawiera również Rozporządzenie MRiRW z dnia 23 grudnia 2003 r. Natomiast obowiązujące metody analityczne są zawarte w szeregu normach metodycznych. Zgodnie z wymaganiami zawartymi w Polskiej Normie cukier dzieli się na 4 kategorie:

- kategoria 1: cukier o wyższej od standardowej jakości,
- kategoria 2: cukier o standardowej jakości,
- kategorie 3 i 4: cukier o jakości niższej niż standardowej.

Wymogi dla cukru kategorii 1:

- całkowita liczba punktów 8, przy czym:
- za zabarwienie w roztworze max. 3,
- za typ zabarwienia wg suchych wzorców max. 4,
- za zawartość popiołu konduktometrycznego max. 6.

Wymogi dla cukru kategorii 2:

- całkowita liczba punktów 22, przy czym:
- za zabarwienie w roztworze max. 6,
- za typ zabarwienia wg suchych wzorców max. 9,
- za zawartość popiołu konduktometrycznego max. 15.

Wymogi dla cukru kategorii 3:

- za typ zabarwienia wg suchych wzorców 12,
- pozostałe kryteria nie są normowane.

Wymogi dla cukru kategorii 4:

- jest to cukier, który nie mieści się w kategoriach 1 – 3,

Jeden punkt odpowiada:

- 0,0018% zawartości popiołu określonej przy zastosowaniu metody ICUMSA,
- 0,5 jednostki typu barwnego określonego przy zastosowaniu metody ICUMSA;
- 7,5 jednostki barwienia roztworu określonego przy zastosowaniu metody ICUMSA.

Rozporządzenie Parlamentu Europejskiego (UE) NR 1308/2013 określa standardową jakość cukru białego:

Cukier biały standardowej jakości ma następujące właściwości:

a) o solidnej i właściwej jakości handlowej; suchy, w formie jednorodnych granulowanych kryształków, sypki;

b) minimalna polaryzacja: 99,7;

c) maksymalna zawartość wilgoci: 0,06%

d) maksymalna zawartość cukru inwertowanego: 0,04%

e) liczba punktów nie przekracza ogółem 22 ani też:

- 15 w odniesieniu do zawartości popiołu;
- 9 w odniesieniu do typu barwnego określonego przy zastosowaniu metody Instytutu Technologii Rolniczych w Brunszwiku;

- 6 w odniesieniu do barwienia roztworu określonego przy zastosowaniu metody Międzynarodowej Komisji ds. Unifikacji Metod Analizy Cukru.

1. Kryteria kwalifikowalności dla cukru

Najistotniejsze parametry jakościowe dla cukru białego, które powinien spełniać cukier będący przedmiotem obrotu na *Platformie Żywnościowej*, ustalone ze Związkiem Producentów Cukru w Polsce w imieniu branży cukrowej i przedstawione w sprawozdaniu tematycznym nr 2 z projektu [IERiGŻ-PIB 2018] są następujące:

1) cechy organoleptyczne: barwa, wygląd i konsystencja, zapach i smak.
2) wymagania fizykochemiczne:
   - polaryzacja,
   - wilgotność,
   - zabarwienie roztworu cukru,
   - zabarwienie w krysztale (stopień białości),
   - zawartość substancji redukujących (inwertu),
   - zawartość popiołu konduktometrycznego.

Cechy te powinny być każdorazowo badane w laboratorium fabrycznym i wszystkie dostarczane do magazynu partie cukru powinny spełniać minimalne wymagania dla nich określone.

Ocena cech wyrobu na podstawie wrażeń odbieranych za pomocą zmysłów (smaku, węchu, wzroku, dotyku) nazywa się **oceną organoleptyczną**. Bardzo często, na podstawie cech możliwych do oceny organoleptycznej, potencjalni nabywcy podejmują decyzję zakupu towaru. Ocena organoleptyczna jest niezastąpiona w ustalaniu jakości wielu towarów – zarówno spożywczych, jak i przemysłowych. Jest ona szybka, tania i prosta do wykonania. Metody oceny organoleptycznej jakości służą przede wszystkim do oceny cech niemierzalnych, czyli takich, których nie da się wyrazić za pomocą liczby i jednostki miary.

Polaryzacją jest nazywana procentowa zawartość sacharozy w danym produkcie, oznaczona metodą polarymetryczną. Na wynik polarymetrycznego pomiaru mają wpływ optycznie czynne cukry i niecukry np. rafinoza, glukoza, fruktoza,

aminokwasy [Dobrzycki i in. 1988; Baryga i in. 2006 2007, 2009; Kowalska i Sumińska 2011].

Wilgotność cukru kryształu jest bardzo ważna, ponieważ wpływa niekorzystnie na sypkość i trwałość produktu w okresie magazynowania. Na powierzchni kryształów cukru, w przylegającej cienkiej warstwie nasyconej sacharozą, znajdują się niewielkie ilości inwertu oraz nieorganicznych i organicznych niecukrów rozpuszczonych, albo wytrąconych z roztworu macierzystego. Substancje te wykazują właściwości higroskopijne i uniemożliwiają całkowite wyschnięcie tej warstewki. Ustala się, więc równowaga pomiędzy warstewką syropu a atmosferą otaczającą kryształy. W miarę wzrostu wilgotności względnej otoczenia wzrasta wilgotność cukru i odwrotnie. Natomiast, gdy wysycha warstewka powierzchniowa następuje krystalizacja sacharozy, która zlepia kryształy stykające się wzajemnie. Jeżeli więc cukier nie jest dostatecznie wysuszony w procesie produkcji, to podczas magazynowania luzem proces wysychania przebiega nadal, aż do momentu osiągnięcia równowagi z otaczającą atmosferą. Powoduje to zlepianie i zbrylanie się magazynowanej masy, dlatego produkowany cukier powinien być wysuszony do takiego stanu, w którym znajdzie się albo poniżej, albo powyżej równowagowej zawartości wilgoci w stosunku do wilgotności względnej atmosfery. Z kolei, gdy doprowadzi się do nawilżenia zbrylonego cukru poprzez podniesienie wilgotności względnej atmosfery wówczas rozpuszczą się w warstwie zlepiającej kryształki i cukier ponownie stanie się sypki [McGinnis 1976; Dobrzycki i in. 1988; Baryga i in. 2006, 2007, 2009; Kowalska, Sumińska 2011].

Zabarwienie jest powszechnie przyjętym, jednym z najważniejszych parametrów określających jakość cukru białego. Jest to parametr niezbędny do punktowej oceny jakości cukru białego wg standardów Unii Europejskiej. Aktualne wymagania produkcji wysokiej jakości cukru białego i konieczność obniżenia kosztów jego wytwarzania usprawiedliwiają zwrócenie szczególnej uwagi właśnie na zabarwienie.

Zabarwienie cukru białego w roztworze ma niezmiernie istotne znaczenie w przypadku wytwarzania wielu produktów spożywczych, np. bezbarwnych napojów bezalkoholowych. Poza tym w oparciu o ten parametr konsument najczęściej wydaje opinię, czy cukier jest wysokiej, czy niskiej jakości.

Na wysokie zabarwienie cukru wpływają głównie:

- obecność barwnych niecukrów pochodzących z rozkładu inwertu,
- reakcje brunatnienia,
- niedostateczne oczyszczenie,
- karmelizacja.

Zabarwienie w krysztale cukru białego, a przede wszystkim jego stopień czystości jest cechą najbardziej rzucającą się w oczy. Dlatego od dawna dążono do obiektywizacji pomiaru tej cechy, tj. fotometrycznego określenia zdolności odbijania światła przez próbkę cukru krystalicznego.

Wizualne wrażenie „białości" cukru jest sumą wyników pomiaru światła odbitego od powierzchni kryształów i załamanego w ich wnętrzu oraz światła rozproszonego przez pył, rysy na gładkich powierzchniach i zmętnienie wewnętrzne.

Nieregularność przebiegu zjawiska jest zwiększona przez obecność konglomeratów i zlepków, których zawartość jest zmienna.

Ilość światła odbitego zależy od:

- zabarwienia samej powierzchni kryształów,
- rozkładu ich wielkości,
- ilości wilgoci w cienkiej warstewce na ścianach kryształów,
- połysku,
- stopnia ubicia próbki,
- czynników fizycznych, takich jak np. grubość warstwy badanej próbki.

Im drobniejsze jest przeciętne ziarno, tym większa jest ilość odbitego światła. Dlatego też cukier puder daje najwyższe wartości w pomiarach światła odbitego, natomiast cukier o grubym krysztale – wartości najniższe. Jest to niemal niezależne od innych czynników [McGinnis 1976; Dobrzycki i in. 1988; Baryga i in. 2006, 2007, 2009; Kowalska i Sumińska 2011].

Inwert jest mieszaniną glukozy i fruktozy w stosunku 1:1, powstającą na skutek hydrolizy sacharozy. Podczas hydrolizy sacharozy w roztworze wodnym następuje odwrócenie (inwersja) skręcalności płaszczyzny polaryzacji światła z dodatniej na ujemną.

W praktyce cukrowniczej za inwert uważa się właściwie sumę związków redukujących, do których należą:

- (głównie) mieszanina glukozy i fruktozy w zmiennej proporcji,
- w niewielkich ilościach galaktoza, arabinoza i kwas galakturonowy,

- produkty reakcji Maillarda i rozkładu inwertu, których część ma właściwości redukujące.

Głównym źródłem inwertu w procesie technologicznym cukru jest sok komórkowy buraków. Zawartość związków redukujących jest zależna od stanu fizycznego i dojrzałości korzeni. Buraki niedojrzałe, zwiędnięte, długo magazynowane, dotknięte chorobą wykazują wyższą zawartość inwertu w porównaniu z burakami zdrowymi i dojrzałymi.

Zwiększona zawartość inwertu może być także wynikiem działania enzymów, których źródłem są drobnoustroje atakujące korzenie buraczane.

Przerób buraków o zwiększonej zawartości inwertu, przy niezmienionych warunkach oczyszczania soku, może doprowadzić do zwiększonej jego ilości w cukrze białym [Dobrzycki i in. 1988; Baryga i in. 2006, 2007, 2009; Kowalska i Sumińska 2011].

Mianem **popiołu konduktometrycznego** określa się jakościową zawartość nieorganicznych związków w cukrze.

Do najważniejszych kationów nieorganicznych w cukrze buraczanym należą: potas, sód, wapń i magnez (kolejność wg malejącej zawartości). Zasadnicze aniony to: fosforany, siarczany i chlorki.

O zawartości popiołu decyduje przede wszystkim stopień zmycia resztek syropu międzykryształowego z powierzchni kryształów w czasie zabielania w wirówce wodą i parą. Ilość składników popiołu wbudowujących się do wnętrza kryształu jest minimalna [Dobrzycki 1984; Dobrzycki i in. 1988; Baryga i in. 2006, 2007, 2009; Kowalska i Sumińska 2011]. Wykazano, że zawartość popiołu w cukrze białym jest liniową funkcją ilości konglomeratów. Duża ilość konglomeratów w cukrzycy I uniemożliwia bowiem dokładne spłukanie resztek odcieku z powierzchni kryształów.

2. Minimalne wymagania jakościowe

Minimalne wymagania jakościowe dla cukru białego, które ustalono ze Związkiem Producentów Cukru w Polsce w imieniu branży cukrowej i przedstawiono w Raporcie tematycznym nr 2 z projektu [IERiGŻ-PIB, 2018] przedstawiono w tabelach II.1 i II.2.

Tabela II.1 Cechy organoleptyczne

Cecha	Wymagania
Barwa	biała, dopuszcza się odcień lekko kremowy
Wygląd i konsystencja	kryształy sypkie bez zlepków i grudek, dopuszcza się obecność zrostów i kryształów bliźniaczych
Zapach	bez obcego zapachu
Smak	słodki, charakterystyczny dla cukru

Tabela II.2 Cechy fizykochemiczne

Parametr	Jednostka	Min	Max
Sacharoza	%	99,7	
Zawartość wilgoci	%		0,06
Zabarwienie roztworu	IU		45
Zabarwieni w krysztale (stopień białości)	pkt		9
Zawartość substancji redukujących	%		0,04
Zawartość popiołu	%		0,03

Wymagania dodatkowe

W celu zapewnienia właściwej jakości i bezpieczeństwa wszystkich partii cukru, które będą przedmiotem obrotu na *Platformie Żywnościowej* zalecane jest, aby jakość każdej dostarczanej partii była potwierdzana certyfikatem w zakresie (oprócz wyżej wymienionych podstawowych parametrów), co najmniej:

- jakością mikrobiologiczną: ogólna liczba bakterii mezofilnych – max do 200 jtk w 10 g, drożdże – max do 10 jtk w 10 g, pleśnie max do 10 jtk w 10 g, ogólną liczbą termofilnych bakterii kwasolubnych (TAB) - do 1000 jtk w 50 g i termofilnych bakterii kwasolubnych produkujących gwajakol- brak w 50 g (maksymalne poziomy nie są określone w żadnych dokumentach. Klienci przedstawiają własne kryteria. Metody rekomendowane:
  - Oznaczanie ogólnej liczby bakterii mezofilnych w produktach cukrowniczych wysokiej czystości metodą płytkową lub metodą filtracji

membranowej – GS2/3-41(2011);
- Oznaczanie drożdży i pleśni w produktach cukrowniczych wysokiej czystości metodą płytkową lub metodą filtracji membranowej – GS2/3-47(2015);
- Oznaczanie termofilnych bakterii kwasolubnych (TAB) i termofilnych bakterii kwasolubnych produkujących gwajakol (GP-TAB) w produktach cukrowniczych – GS2/3-50(2017);

- zawartością siarczynów – max 10 mg/kg. Metoda rekomendowana:
  - Oznaczanie siarczynów metodą kolorymetryczną; GS2/1/7-33 (2011);
- maksymalną zawartością metali ciężkich Pb – 0,2 mg/kg, Cd – 0,02 mg/kg, Hg – 0,01 mg/kg i As – 0,2 mg/kg (Rozporządzenie Ministra Zdrowia z 13 stycznia 2003 roku w sprawie maksymalnych poziomów zanieczyszczeń chemicznych i biologicznych, które mogą znajdować się w żywności, składnikach żywności, dozwolonych substancjach dodatkowych, substancjach pomagających w przetwarzaniu albo na powierzchni żywności – nieobowiązujący. Rekomendowane metody oznaczana – akredytowane metody ASA, ICP do oznaczania zawartości metali ciężkich w cukrze).

Powyższe analizy powinny być wykonywane przez niezależne laboratoria, o potwierdzonych kompetencjach, wskazane jest korzystanie z laboratoriów akredytowanych zgodnie z normą ISO/IEC 17025:2017.

3. Metody badania jakości

Metody badania jakości cukru rekomendowane przez ICUMSA i opisane w Polskich Normach przedstawiono w tabelach II.3 – II.5.

Tabela II.3 Wykaz metod badania jakości fizykochemicznej cukru wg ICUMSA

Metody oznaczania jakości fizykochemicznej cukru białego wg ICUMSA	Symbol metody
1. Oznaczanie polaryzacji cukru białego metodą Instytutu Cukrownictwa w Brunszwiku – oficjalna (referencyjna)	GS2/3-1 (2011)
2. Oznaczanie polaryzacji cukru białego z klarowaniem	GS1/2/3/9-1 (2011)
3. Oznaczanie cukrów redukujących metodą Knighta i Allena	GS2/3/9-5 (2011)
4. Oznaczanie zabarwienia roztworu cukru białego	GS2/3-10 (2011)
5. Oznaczanie reflektancji cukru białego	GS2-13 (2011)
6. Oznaczanie wilgotności	GS2/1/3/9-15 (2007)
7. Oznaczanie popiołu konduktometrycznego	GS2/3/9-17 (2011)
8. Oznaczanie mętności roztworu cukru	GS2/3-18 (2013)
9. Oznaczanie siarczynów metodą kolorymetryczną	GS2/1/7-33 (2011)

Tabela II.4 Wykaz metod badania jakości fizykochemicznej cukru wg PN

Metody oznaczania jakości cukru wg PN	Symbol metody
1. Cukier -- Metody badań -- Postanowienia ogólne	PN-A-74855-1:1996
2. Cukier -- Metody badań -- Badania organoleptyczne	PN-A-74855-2:1996
3. Cukier -- Metody badań -- Oznaczanie zawartości wilgoci jako straty wskutek suszenia	PN-A-74855-4:1996
4. Cukier -- Metody badań -- Oznaczanie zawartości sacharozy	PN-A-74855-5:1998
5. Cukier -- Metody badań -- Oznaczanie zawartości związków redukujących	PN-A-74855-6:1998
6. Cukier -- Metody badań. Oznaczanie zabarwienia cukru w roztworze	PN-A-74855-7:1998 +PN-A-74855-7:1998/Az1:2005
7. Cukier -- Metody badań -- Oznaczanie zawartości popiołu	PN-A-74855-8:1998

Normy są równorzędne i mogą być stosowane w laboratoriach.

Tabela II.5 Wykaz metod badania jakości mikrobiologicznej cukru wg ICUMSA

Metody oznaczania mikrobiologicznej jakości cukru białego wg ICUMSA	Symbol metody
Oznaczanie ogólnej liczby bakterii mezofilnych w produktach cukrowniczych wysokiej czystości metodą płytkową lub metodą filtracji membranowej – oficjalna	GS2/3-41(2011)
Oznaczanie drożdży i pleśni w produktach cukrowniczych wysokiej czystości metodą płytkową lub metodą filtracji membranowej – oficjalna	GS2/3-47(2015)
Oznaczanie termofilnych bakterii kwasolubnych (TAB) i termofilnych bakterii kwasolubnych produkujących gwajakol (GP-TAB) w produktach cukrowniczych – akceptowana	GS2/3-50(2017)

4. Metody próbobrania

4.1. Zasady pobierania próbek do analiz fizykochemicznych wg ICUMSA

- każdy kontener z danej dostawy musi być próbkowany i każda partia z danej dostawy musi być próbkowana,
- liczba pobranych próbek pierwotnych zależy od wielkości kontenera lub partii i powinna wynosić 2√T, ale nie mniej niż 5 (dla T będącego wagą cukru w kontenerze lub partii).

Cukier w kontenerach

- próbkowanie statyczne, np. z załadowanego wagonu: próbki pierwotne powinny być pobrane z kilku miejsc z całej głębokości kontenera za pomocą cylindrycznego próbnika, miejsca poboru próbek należy równomiernie rozmieścić na całej powierzchni kontenera, w przypadku kontenera prostokątnego należy pobrać cztery próbki w pobliżu rogów i jedną ze środka,
- próbkowanie w ruchu: strumień cukru może być próbkowany za pomocą automatycznego próbnika lub przez pobranie wymaganej liczby próbek pierwotnych w równych odstępach czasu.

Cukier w paczkach lub workach

- wymagana liczba próbek pierwotnych powinna być osiągnięta przez 2√T paczek w sposób losowy i pobranie jednej próbki z każdej paczki;
- próbki pierwotne powinny być wymieszane, a otrzymaną zmieszaną próbkę cukru należy podzielić na końcowe próbki o określonej

wielkości,

- przyjmuje się, że próbka końcowa jest reprezentatywna dla całego kontenera lub partii.

4.2. Zasady pobierania próbek do analiz fizykochemicznych wg PN

Pobieranie próbki z partii przemieszczanego transporterem taśmowym nieopakowanego cukru (luz) wykonuje się za pomocą zainstalowanych sond mechanicznych lub przez zanurzenie narzędzi do pobierania próbek w strumieniu cukru, z całej głębokości i szerokości tego strumienia. Próbki pierwotne nie powinny być mniejsze niż 100 g. Częstotliwość pobierania należy, tak dobrać by pobieranie próbek pierwotnych odbywało się podczas transportowania całej partii cukru oraz by próbka ogólna, składająca się z próbek pierwotnych była nie mniejsza niż 4 kg.

Próbki cukru luzem z silosów, autocystern pobiera się w trakcie załadunku lub z samego silosu, autocysterny z każdego otworu zasypowego zagłębiając w cukrze próbnik. Próbę należy pobrać z całej głębokości autocysterny, tak by próbka ogólna, składająca się z próbek pierwotnych była nie mniejsza niż 4 kg.

Pobieranie próbek cukru z opakowań

- Opakowania do pobrania próbek jednostkowych należy pobrać losowo „na ślepo” (wg. PN-83/N-03010). Próbki należy pobierać jedynie z opakowań nie uszkodzonych.
- Liczba opakowań, które należy wybrać z partii do pobrania z nich próbek jednostkowych, powinna być ustalona w zależności od liczby opakowań transportowanych w partii, zgodnie z tabelą II.6.

Tabela II.6 Liczba opakowań które należy wybrać z partii do pobrania z nich próbek jednostkowych

Liczba opakowań transportowych w partii	Do 15	16-25	26-63	64-160	161-250	251-1000	Powyżej 1000
Liczba opakowań transportowych do pobrania próbki	8	11	16	20	22	24	25

Pobieranie próbek jednostkowych

- Z każdego opakowania należy pobierać próbnikiem lub szufelką próbkę pierwotną w jednostkowej ilości nie mniejszej niż 100 g.
- W przypadku cukru kryształu, cukru pudru, cukru żelującego w opakowaniach jednostkowych detalicznych, próbkę pierwotną stanowi jedno opakowanie.
- W przypadku cukru w kostkach oraz kandyzu w opakowaniach jednostkowych detalicznych, próbkę pierwotną stanowi jedno opakowanie.
- Próbki jednostkowe należy zbierać do pojemnika. Próbka ogólna nie powinna być mniejsza niż 4 kg.
- Otwory powstałe w opakowaniach przez wprowadzenie próbnika należy zabezpieczyć tak aby nie następowało zanieczyszczanie bądź usypywanie cukru.

4.3. Zasady pobierania próbek do analiz mikrobiologicznych wg metody ICUMSA

- Metoda dotyczy pobierania próbek cukru w czasie procesu produkcji i z produktów gotowych,
- Próbki może pobierać tylko osoba przeszkolona w zakresie pobierania próbek w warunkach wykluczających wtórne zanieczyszczenie cukru.

5. Wyposażenie niezbędne do badań jakości cukru w laboratorium przy magazynie

Wyposażenie niezbędne do badań jakości fizykochemicznej:

- sacharymetr z Międzynarodową Skalą Cukrową w ^{o}Z (dokładność ± 0,01^{o}Z). Mogą być też użyte polarymetry ze skalą liniową. Wartości zmierzone przelicza się na °Z.
- kontrolne płytki kwarcowe,
- rurki polarymetryczne o długości 200 mm,
- spektrofotometr AAS,
- spektrofotometr lub kolorymetr do pomiarów w świetle 420 nm, 560 nm,
- kuwety o długości 1 lub 5 cm,
- refraktometr,
- fotometr reflektancyjny,

- konduktometr,
- naczynka wagowe płaskie ze szczelnie dopasowaną pokrywką (szklane, niklowe, aluminiowe,
- wytrząsarki do kolb i probówek,
- zestaw filtracyjny do sączków membranowych – preferowany ze stali nierdzewnej,
- suszarka laboratoryjna,
- wagi analityczne z odczytem 0,1 g 0,001 g i 0,0001 g,
- kolby miarowe na 100 ml, 500 ml i 1000 ml,
- pipety, biurety, probówki,
- miseczki porcelanowe,
- kolby stożkowe,
- łaźnia wodna,
- eksykatory z żelem krzemionkowym.

Całe wyposażenie laboratorium powinno być objęte nadzorem metrologicznym, obejmującym sprawdzanie wewnętrzne jak również okresowe wzorcowanie przyrządów w akredytowanym laboratorium wzorcującym, zgodnie z harmonogramem i procedurami obowiązującymi w laboratorium. Szkło laboratoryjne powinno być klasy A.

6. Opakowanie

Materiały opakowaniowe, z których wykonano zarówno opakowania jednostkowe, jak i zbiorcze cukru, powinny spełniać wymagania prawne materiałów przeznaczonych do kontaktu z żywnością [Ustawa o Bezpieczeństwie Żywności i Żywienia z dn. 25.08.2006].

Nie mogą one stanowić zagrożenia dla zdrowia człowieka, powodować zmian w składzie żywności oraz zmian w jej cechach organoleptycznych [Rozporządzenie (WE) nr 1935/2004 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 27 października 2004 r. w sprawie materiałów i wyrobów przeznaczonych do kontaktu z żywnością oraz uchylające dyrektywy 80/590/EWG i 89/109/EWG].

W cukrowniach posiadających silos, cukier produkowany podczas kampanii jest transportowany za pomocą systemu zabudowanych przenośników do silosów, gdzie jest magazynowany luzem, a następnie kierowany z silosu do pakowania. Cukier do pakowni kierowany jest przenośnikiem taśmowym.

W cukrowniach nie posiadających silosu, cukier z produkcji jest kierowany bezpośrednio do pakownia. Pakownia wyposażona jest w linię rozdziału cukru, wyposażoną w łapacze ferromagnetyków i detektory metali dla cukru i kieruje produkt finalny do zasypu zbiorników buforowych nad wagami i automatycznymi pakowaczkami.

W pakowni cukier zostaje zapakowany w opakowania:

- jednostkowe a' 1kg,
- worki papierowe o wadze a'25 kg i 50 kg,
- big-bag o wadze 1000 kg.

Wymagania podstawowe dla worka papierowego a'25 kg:

- typ worka – wentylowy, klejony,
- ilość warstw – 2,
- rodzaj papieru: szary, workowy.

Wymagania podstawowe dla worka papierowego a'50kg:

- typ worka – wentylowy, klejony,
- ilość warstw: 3,
- rodzaj papieru: szary, sc.

Wymagania podstawowe dla worków typu big-bag:

- rodzaj tkaniny: polipropylen, biały, powlekany.

Wymagania podstawowe dla palet:

- na krajowe wysyłki po 800 kg na palecie – 32 worki,
- na wysyłki eksportowe po 1000 kg – 40 worków

Worki ułożone na palecie z przekładką papierową, owinięte mocno folią termokurczliwą.

Cukier w opakowaniach a'25kg i a'1kg, po zapakowaniu kontrolowany jest detektorami metali.

Każde opakowanie z cukrem jest oznaczane za pomocą nadruku naniesionego z drukarki na opakowanie lub etykietą. Oznaczenie identyfikuje wyprodukowaną partię cukru.

Cukier w pakowni przemieszczany jest za pomocą przenośników (rolotoków) i wózków widłowych o napędzie gazowym i elektrycznym. W pakowni formowane są opakowania transportowe (paletyzatory, balociarki).

We wszystkich cukrowniach (z/lub bez silosu) cukier po zapakowaniu kierowany jest do magazynów wyrobów gotowych (płaskich).

6.1. Wymagana kontrola pakowania cukru w opakowania a` 1 kg:

- Używanie odpowiednich, prawidłowych opakowań;
- Sprawdzanie co 1 godzinę 10 opakowań pod kątem poprawności/ skuteczności klejenia torebek, poprawności zgrzewania balotek, jakości i ilości opakowań w balotce oraz kodowania opakowań;
- Sprawdzanie na wadze kontrolnej co godzinę wagi netto 1 opakowania z cukrem.

6.2. Wymagana kontrola pakowania cukru w worki a` 25 kg:

- Używanie odpowiednich, prawidłowych opakowań;
- Sprawdzanie co 1 godzinę 5 opakowań pod kątem poprawności zamknięcia wentyla opakowania, grafiki opakowania i kodowania opakowań;
- Sprawdzanie na wadze kontrolnej co godzinę wagi netto 1 opakowania z cukrem.

6.3. Wymagana kontrola pakowania cukru w opakowania typu big-bag

- Używanie odpowiednich, prawidłowych opakowań.
- Sprawdzanie co 1 godzinę 5 opakowań pod kątem poprawności wiązania dolnego opakowania big-bag, czystości i jakości opakowania (wewnątrz i na zewnątrz).
- Sprawdzanie poprawności naważania cukru poprzez przeważenie na wadze kontrolnej napełnionych opakowań z cukrem co 1 godzinę po 1 opakowaniu z każdej pakowaczki.

7. Znakowanie

Poniżej przedstawiano zasady znakowania cukru będącego w obrocie na *Platformie Żywnościowej*.

1. Etykieta/opakowanie cukru powinno zawierać następujące obowiązkowe informacje:

- Wyprodukowany przez
- Rodzaj produktu
- Kod produktu

- Kraj pochodzenia
- Numer partii produkcyjnej
- Przechowywanie
- Pełna data dzień/miesiąc/rok produkcji
- Waga netto

- Wszystkie powyższe informacje muszą być umieszczone na jednej etykiecie/opakowaniu
- Pola na etykiecie muszą być wypełnione z użyciem wyłącznie wymienionych wyżej określeń.
- Wszystkie pola na etykiecie muszą być wypełnione. Jeśli np. produkt nie posiada kodu produktu, pole to powinno być wypełnione słowami „nie dotyczy". Nie należy zostawiać niewypełnionych pól.
- Etykieta nie jest ograniczona do pól wymienionych powyżej, dodatkowe pola mogą być tam umieszczone jeśli jest to konieczne np. „użyć do" lub „waga brutto".

2. Objaśnienia do poszczególnych informacji

- Wyprodukowane przez: Dokładna nazwa firmy, która wyprodukowała produkt. Na etykiecie nie powinno być żadnych informacji o pośrednikach czy osobach trzecich działających w imieniu producenta.
- Produkt: Na produkcie wymagany jest pełny jego opis. Powinny się na nim znajdować:

  – prawna nazwa, jeśli istnieje, lub
  – nazwa uzgodniona pomiędzy kupującym a sprzedającym, lub
  – nazwa zwyczajowa towarzysząca produktowi.
- Kod produktu: każda kombinacja liter i/lub numerów, ustalona przez przetwórcę definiujący produkt.
- Kraj pochodzenia: Nazwa kraju w którym produkt został wyprodukowany.
- Identyfikowalność: Dowolna kombinacje liter i/lub cyfr, które umożliwią zidentyfikowanie produktu i partii. W przypadku problemów, dane w tym polu stanowią wszystkie informacje, których producent wymaga od użytkowni-

ka, aby prześledzić szczegółowo produkt. Dane identyfikowalności produktu – numer partii i szarży muszą się w pełni zgadzać z dokumentacją dostawy.

- Warunki przechowywania: Warunki w jakich towar powinien być przechowywany, aby zapewnić mu optymalną ochronę.
- Data pakowania – dzień/miesiąc/rok: Data, w której dany produkt został umieszczony w opakowaniu.
- Masa netto lub pojemność netto: Pole to powinno zawierać jednostki miary.

3. Czcionka

- Wszystkie informacje na etykiecie powinno być wydrukowane, żadna z nich nie może być wpisana ręcznie.
- Litery powinny być takiej wielkości, ale by móc je swobodnie przeczytać, nawet przy złym oświetleniu.
- Zaleca się aby:

– minimalna wielkość liter w polu i danych była „czytelna”,

– czcionka którą etykieta jest wydrukowana powinna być prosta i łatwa do odczytania, np. Arial,

– druk powinien być ciemny na jasnym tle, dobrej jakości.

– cały wydruk powinien pozostać czytelny, bez znikania i zamazywania w przypadku zamoknięcia etykiety.

8. Warunki przechowywania

W cukrowniach posiadających silos, cukier produkowany podczas kampanii jest transportowany do silosów, gdzie jest okresowo magazynowany luzem i w późniejszych terminach kierowany do pakowni.

W cukrowniach nie posiadających silosu, cukier z produkcji jest kierowany bezpośrednio do pakowania.

We wszystkich cukrowniach (z lub bez silosu) cukier po zapakowaniu kierowany jest do magazynów wyrobów gotowych (płaskich).

8.1. Warunki magazynowania cukru luzem w silosach

Wymagana jakość cukru luzem kierowanego do silosu:

- Temperatura maksymalna 32°C;

- Wilgotność maksymalna 0,04%;
- Frakcje – od 0,28 do 16 mm;
- Ilość frakcji poniżej 0,28 mm do 2%.

Warunki magazynowania cukru luzem w silosach ogrzewanych kablami grzejnymi, wyposażonych w klimatyzację i zamknięty obieg powietrza

- Ogrzewanie komory silosu kablami grzejnymi: temperatura załączania grzania (w okresie kampanii 20°C, a po kampanii 18°C), amplituda załączania i wyłączania grzania 1°C, włączenie ogrzewania na 5 dni przed planowanym napełnianiem silosu cukrem.
- Parametry powietrza kierowanego pod cukier w okresie kampanii: temperatura 20°C, wilgotność względna <50%, wilgotność bezwzględna <7 g H_2O/kg.
- Powietrze kierowane pod cukier w okresie po kampanii uruchamiać, gdy w kopule silosu: temperatura < 18°C, wilgotność względna > 50%, wilgotność bezwzględna > 7 g H_2O/kg powietrza.
- Ilość powietrza kierowanego pod cukier w okresie kampanii – zależnie od stopnia napełnienia silosu wynosi: przy stopniu napełnienia do 5 000 t – 50% wydajności znamionowej wentylatora nawiewnego, przy napełnieniu od 5 000 do 10 000 t – 70%, a przy napełnieniu > 10 000 – 90%.
- Parametry powietrza kierowanego nad cukier w okresie po kampanii: temperatura 20°C, wilgotność względna 50%, wilgotność bezwzględna 7 g H_2O/kg, ciśnienie w kopule silosu 10 Pa.
- W przypadku wyposażenia silosu w urządzenia do osuszania, regulacja wilgotności (względnej i bezwzględnej) powinna być realizowana na drodze osuszania, a nie ogrzewania.
- Należy przestrzegać zasady, związanej z wilgotnością powietrza w obrębie silosu (pod i nad cukrem), aby w żadnym miejscu silosu wilgotność powietrza nie osiągała punktu rosy.
- Ilość powietrza kierowanego nad cukier w okresie po kampanii musi zapewnić nadciśnienie w kopule silosu w wysokości maksimum 10 Pa.
- Należy w sposób ciągły kontrolować jakość powietrza wtłaczanego do silosu poprzez kontrolę stanu filtrów powietrza (na podstawie odczytu pomiarów ciśnienia), a w przypadku jego wzrostu dokonywać wymiany filtrów.
- W przypadku stwierdzenia istotnych wątpliwości, co do właściwego zapachu powietrza, należy wstrzymać wentylację silosu do czasu ustąpienia

niepożądanego zapachu, ale nie dłużej niż na 3 dni.

Warunki magazynowania cukru luzem w silosach bez klimatyzacji i zamkniętego obiegu powietrza

- Włączenie ogrzewania na 5 dni przed planowanym napełnianiem silosu cukrem.
- Parametry powietrza kierowanego do silosu (w okresie kampanii i po kampanii): temperatura 20 – 25°C, wilgotność względna do 50%, wilgotność bezwzględna 7 – 10 g H_2O/kg powietrza, ilość powietrza wg DTR producenta.
- W przypadku wyposażenia w urządzenia do osuszania, regulacja wilgotności (względnej i bezwzględnej) powinna być realizowana na drodze osuszania, a nie ogrzewania.
- Należy przestrzegać zasady, związanej z wilgotnością powietrza w obrębie silosu, aby w żadnym miejscu silosu wilgotność powietrza nie osiągała punktu rosy.
- Należy w sposób ciągły kontrolować jakość powietrza wtłaczanego do silosu poprzez kontrolę stanu filtrów powietrza na podstawie odczytu pomiarów ciśnienia, a w przypadku jego wzrostu dokonywać wymiany filtrów.
- W przypadku stwierdzenia istotnych wątpliwości, co do właściwego zapachu powietrza, należy wstrzymać wentylację silosu do czasu ustąpienia niepożądanego zapachu, ale nie dłużej niż na 3 dni.

8.2. Warunki magazynowania zapakowanego cukru w magazynach płaskich

- W magazynach, w których znajduje się instalacja ogrzewania, temperatura powietrza nie powinna być niższa niż 10°C, a wilgotność względna powietrza przekraczać 70%.
- W magazynach, w których znajduje się system osuszania, wilgotność względna powietrza nie powinna przekraczać 70%.
- Kontrolę warunków magazynowania cukru (wilgotności i temperatury) należy prowadzić 1 raz na dobę. W przypadku braku ruchu w magazynie kontrola warunków może być prowadzona min. 1 raz w tygodniu.
- Magazyn powinien być utrzymywany w czystości, bez wyczuwania obcych zapachów.
- Dachy, okna oraz drzwi pomieszczeń magazynowych powinny być szczelne oraz zabezpieczone przed szkodnikami.

- Cukier powinien być składowany rodzajami, w sposób umożliwiający jego policzenie.

9. REKOMENDACJE DLA POTRZEB *PLATFORMY ŻYWNOŚCIOWEJ*

9.1 Jako główne kryteria kwalifikowalności dla cukru rekomendujemy:

a) cechy organoleptyczne: barwa, wygląd i konsystencja, zapach i smak.
b) wymagania fizykochemiczne:
- polaryzacja,
- wilgotność,
- zabarwienie roztworu cukru,
- zabarwienie w krysztale (stopień białości),
- zawartość substancji redukujących (inwertu),
- zawartość popiołu konduktometrycznego.

9.2 Minimalne wymagania jakościowe dla cukru to:

- barwa: biała, dopuszcza się odcień lekko kremowy,
- wygląd i konsystencja: sypkie kryształy, bez zlepów i grudek z dopuszczalną obecnością zrostów i kryształów bliźniaczych,
- zapach: bez obcego zapachu,
- smak: charakterystyczny dla cukru, słodki,
- polaryzacja: nie mniej niż 99,7,
- wilgotność: nie więcej niż 0,06%
- zabarwienie roztworu cukru: nie więcej niż 45 IU_{420},
- zabarwienie w krysztale: nie więcej niż 9 pkt.,
- zawartość substancji redukujących: nie więcej niż 0,04%,
- zawartość popiołu konduktometrycznego: nie więcej niż 0,03%,
- maksymalna zawartość metali ciężkich Pb – 0,2 mg/kg, Cd – 0,02 mg/kg, Hg – 0,01 mg/kg i As – 0,2 mg/kg
- zawartość siarczynów – max 10 mg/kg,
- ogólna liczba bakterii mezofilnych – max do 200 jtk w 10 g,
- drożdże – max do 10 jtk w 10 g,
- pleśnie – max do 10 jtk w 10 g,
- ogólna liczbą termofilnych bakterii kwasolubnych (TAB) – do 1000 jtk w 50 g,
- termofilnych bakterii kwasolubnych produkujących gwajakol – brak w 50 g.

9.3 Rekomendowane metody badania jakości cukru

Do przeprowadzania analiz cukru rekomendujemy metody ICUMSA. ICUMSA jest organizacją światową, koordynującą prace Komitetów Krajowych w przeszło 30 krajach członkowskich. Przepisy, tabele i inne dane zawarte w „Zbiorze przepisów analitycznych ICUMSA" są przeznaczone do powszechnego stosowania w światowym przemyśle cukrowniczym.

9.4 Rekomendowane metody próbobrania cukru

Pobieranie próbek cukru należy przeprowadzić wg normy Cukier. Pobieranie i przygotowanie próbek – PN-85-A-74856

9.5 Wyposażenie niezbędne do oceny jakości cukru

Niezbędne wyposażenie laboratorium do badań cukru określone jest w poszczególnych przepisach i normach dot. metod badań cukru: GS2/3-1 (2011), GS1/2/3/9-1 (2011), GS2/3/9-5 (2011), GS2/3-10 (2011), GS2-13 (2011), GS2/1/3/9-15 (2007), GS2/3/9-17 (2011), GS2/3-18 (2013), GS2/1/7-33 (2011), PN-A-74855-1:1996, PN-A-74855-2:1996, PN-A-74855-4:1996, PN-A-74855-5:1998, PN-A-74855-6:1998, PN-A-74855-7:1998 +PN-A-74855-7:1998/Az1:2005 PN-A-74855-8:1998.

9.6 Rekomendowane opakowania cukru

Pakowanie musi być przeprowadzane zgodnie z zachowaniem Dobrej Praktyki Produkcyjnej (GMP).

Opakowania jednostkowe do cukru stanowią:

- worki papierowe i polipropylenowe a'25,
- worki papierowe i polipropylenowe a'50 kg.

Wymagania podstawowe dla worka papierowego a'25 kg:

- typ worka – wentylowy, klejony,
- ilość warstw – 2,
- rodzaj papieru: szary, workowy.

Wymagania podstawowe dla worka papierowego a'50 kg:

- typ worka – wentylowy, klejony,
- ilość warstw: 3,
- rodzaj papieru: szary, sc.

Wymagania podstawowe dla palet:

- na krajowe wysyłki po 800 kg na palecie – 32 worki,
- na wysyłki eksportowe po 1000 kg – 40 worków

Worki ułożone na palecie z przekładką papierową, owinięte mocno folią termokurczliwą

Minimalna partia cukru, dostarczana na *Platformę Żywnościową* nie powinna być mniejsza od 1000 kg.

9.7 Rekomendowane sposoby znakowania opakowań cukru

Etykieta/opakowanie cukru powinno zawierać następujące obowiązkowe informacje:

- Wyprodukowany przez
- Rodzaj produktu
- Kod produktu
- Kraj pochodzenia
- Numer partii produkcyjnej
- Przechowywanie
- Pełna data dzień/miesiąc/rok produkcji
- Waga netto

- Wszystkie powyższe informacje muszą być umieszczone na jednej etykiecie/opakowaniu.
- Pola na etykiecie muszą być wypełnione z użyciem wyłącznie wymienionych wyżej określeń.
- Wszystkie pola na etykiecie muszą być wypełnione. Jeśli np. produkt nie posiada kodu produktu, pole to powinno być wypełnione słowami „nie dotyczy”. Nie należy zostawiać niewypełnionych pól.
- Etykieta nie jest ograniczona do pól wymienionych powyżej, dodatkowe pola mogą być tam umieszczone jeśli jest to konieczne, np. „użyć do” lub „waga brutto”.

9.8 Rekomendacja do przechowywania cukru

Rekomendowane wymagania dot. jakości cukru luzem kierowanego do silosu:

- temperatura maksymalna 32°C;
- wilgotność maksymalna 0,04%;
- frakcje – od 0,28 do 16 mm;
- Ilość frakcji poniżej 0,28 mm do 2%.

Rekomendowane warunki magazynowania cukru luzem w silosach:

- temperatura: w okresie kampanii 20°C, a po kampanii 18°C;
- parametry powietrza kierowanego pod cukier: temperatura 20°C, wilgotność względna 50%, wilgotność bezwzględna 7 g H_2O/kg;

- parametry powietrza kierowanego nad cukier w okresie po kampanii: temperatura 20°C, wilgotność względna 50%, wilgotność bezwzględna 7 g H_2O/kg, ciśnienie w kopule silosu 10 Pa.

Rekomendowane warunki magazynowania cukru w magazynach płaskich:

- temperatura powietrza nie powinna być niższa niż 10°C, a wilgotność względna powietrza nie przekraczać 70%.

LITERATURA

[1.] Baryga A., Strębska-Zając J., Sumińska T., Kowalska M. (2009). Doskonalenie produkcji cukru białego w aspekcie bezpieczeństwa żywności. Warszawa IBPRS.
[2.] Baryga A., Sumińska T., Strębska-Zając J. (2007). Jakość cukru białego wyprodukowanego podczas kampanii 2006. Gaz. Cukr. 9: 292 – 295.
[3.] Baryga A., Sumińska T., Strębska-Zając J. (2006). Jakość cukru białego wyprodukowanego podczas kampanii 2005. Gaz. Cukr., 8: 246 – 250.
[4.] Dobrzycki J. 1984. Chemiczne podstawy technologii cukru. WNT, Warszawa.
[5.] Dobrzycki J. 1988. Poradnik inżyniera – cukrownictwo. WNT, Warszawa.
[6.] GS2/3-50(2017) – Oznaczanie termofilnych bakterii kwasolubnych (TAB) i termofilnych bakterii kwasolubnych produkujących gwajakol (GP-TAB) w produktach cukrowniczych.
[7.] ICUMSA GS2/3-1 (2011) – Oznaczanie polaryzacji cukru białego metodą Instytutu Cukrownictwa w Brunszwiku – oficjalna (referencyjna).
[8.] ICUMSA GS1/2/3/9-1 (2011) – Oznaczanie polaryzacji cukru białego z klarowaniem.
[9.] ICUMSA GS2/3/9-5 (2011) – Oznaczanie cukrów redukujących metodą Knighta i Allena.
[10.] ICUMSA GS2/3-10 (2011) – Oznaczanie zabarwienia roztworu cukru białego.
[11.] ICUMSA GS2-13 (2011) – Oznaczanie reflektancji cukru białego.
[12.] ICUMSA GS2/1/3/9-15 (2007) – Oznaczanie wilgotności.
[13.] ICUMSA GS2/3/9-17 (2011) – Oznaczanie popiołu konduktometrycznego.
[14.] ICUMSA GS2/3-18 (2013) – Oznaczanie mętności roztworu cukru.
[15.] ICUMSA GS2/1/7-33 (2011) – Oznaczanie siarczynów metodą kolorymetryczną.
[16.] ICUMSA GS2/3-41(2011) – Oznaczanie ogólnej liczby bakterii mezofilnych w produktach cukrowniczych wysokiej czystości metodą płytkową lub metodą filtracji membranowej.
[17.] ICUMSA GS2/3-47(2015) – Oznaczanie drożdży i pleśni w produktach cukrowniczych wysokiej czystości metodą płytkową lub metodą filtracji membranowej.
[18.] ISO/IEC 17025:2017 Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących.

[19.] Kowalska B, Sumińska T. 2011. Jakość cukru białego wyprodukowanego podczas kampanii 2010. Gaz. Cukr. 4: 113 – 116.
[20.] McGinnis R.A. 1976. Cukrownictwo. WNT, Warszawa.
[21.] PN-A-74850:1996 Cukier biały.
[22.] PN-A-74850:1996/Az1:2005 Cukier biały.
[23.] PN-A-74855-1:1996 Cukier -- Metody badań -- Postanowienia ogólne.
[24.] PN-A-74855-2:1996 Cukier -- Metody badań -- Badania organoleptyczne.
[25.] PN-A-74855-4:1996 Cukier -- Metody badań -- Oznaczanie zawartości wilgoci jako straty wskutek suszenia.
[26.] PN-A-74855-5:1998 Cukier -- Metody badań -- Oznaczanie zawartości sacharozy.
[27.] PN-A-74855-6:1998 Cukier -- Metody badań -- Oznaczanie zawartości związków redukujących.
[28.] PN-A-74855-7:1998 + PN-A-74855-7:1998/Az1:2005 Cukier - Metody badań. Oznaczanie zabarwienia cukru w roztworze.
[29.] PN-A-74855-8:1998 Cukier -- Metody badań -- Oznaczanie zawartości popiołu.
[30.] PN-83/N-03010 Statystyczna kontrola jakości -- Losowy wybór jednostek produktu do próbki.
[31.] Wymagania jakościowe i klasyfikacja najbardziej perspektywicznych produktów rolno-spożywczych oferowanych na *Platformie Żywnościowej* – raport tematyczny nr 2 (2018), IERiGŻ-PIB.

AKTY PRAWNE

[32.] Rozporządzenie Parlamentu Europejskiego i Rady (UE) Nr 1308/2013 z dnia 17 grudnia 2013 r. ustanawiające wspólną organizację rynków produktów rolnych oraz uchylające Rozporządzenia Rady (EWG) nr 922/72, (EWG) nr 234/79, (WE) nr 1037/2001 i (WE) nr 1234/2007. D. U. UE 2013, L 347/671.
[33.] Rozporządzenie MR i RW z dnia 23 grudnia 2003 r. w sprawie szczegółowych wymagań w zakresie jakości handlowej niektórych półproduktów i produktów przemysłu cukrowniczego. Dz.U. 2004 nr 5, poz. 36.
[34.] Rozporządzenie Ministra Zdrowia z 13 stycznia 2003 roku w sprawie maksymalnych poziomów zanieczyszczeń chemicznych i biologicznych, które mogą znajdować się w żywności, składnikach żywności, dozwolonych substancjach dodatkowych, substancjach pomagających w przetwarzaniu albo na powierzchni żywności. Dz.U. 2004 nr 120, poz. 1257.

[35.] Rozporządzenie (WE) nr 1935/2004 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 27 października 2004 r. w sprawie materiałów i wyrobów przeznaczonych do kontaktu z żywnością oraz uchylające dyrektywy 80/590/EWG i 89/109/EWG. D.U. UE, 2004, L 338/4.

[36.] Ustawa o Bezpieczeństwie Żywności i Żywienia z dn. 25.08.2006. Dz.U. 2006 nr 171, poz. 1225.

III. ZAGĘSZCZONY SOK JABŁKOWY

Wstęp

Zagęszczone soki owocowe są wyrobami otrzymanymi z jednego lub więcej rodzajów soków owocowych przez usunięcie metodami fizycznymi określonej części zawartej w nich wody [Dyrektywa 2012/12/UE].

Zagęszczony sok jabłkowy (ZSJ) stanowi najważniejszy produkt polskiego przemysłu owocowo-warzywnego. Roczna produkcja ZSJ w ostatnich latach wynosi ok. 300 tys. ton, a w sezonie 2018/19, który charakteryzował się najwyższym od lat urodzajem jabłek (4,5 – 5 mln ton), szacowana produkcja może przekroczyć nawet 400 tys. ton [Pawlak 2018]. Stawia to Polskę na 2. po Chinach miejscu na świecie w produkcji tego półproduktu. Większość, bo aż 90% produkcji ZSJ trafia na rynki Unii Europejskiej. Zdaniem ekspertów [Pokrywka 2018] eksport zagęszczonego soku to jedyna szansa dla utrzymania lub rozwoju polskiej branży produkcji jabłek i ich przetwórstwa.

ZSJ produkowany jest zwykle jako zagęszczony sok klarowny. Sposób produkcji i jakość ZSJ, tak jak i innych soków i zagęszczonych soków owocowych i warzywnych, jest ściśle definiowany przez Dyrektywę Parlamentu Europejskiego i Rady 2012/12/UE z dnia 19 kwietnia 2012 r. zmieniającą dyrektywę Rady 2001/112/WE odnoszącą się do soków owocowych i niektórych podobnych produktów przeznaczonych do spożycia przez ludzi [Dyrektywa 2012/12/UE], implementowaną przez Rozporządzenie Ministerstwa Rolnictwa i Rozwoju Wsi z dn. 20 września 2003 r. w sprawie szczegółowych wymagań w zakresie jakości handlowej soków i nektarów owocowych (z późniejszymi zmianami). Ponadto, szczegółowe informacje dotyczące referencyjnych wartości parametrów jakości i autentyczności soków i zagęszczonych soków owocowych, w tym soku jabłkowego, zebrane są w Kodeksie Praktyki Europejskiego Stowarzyszenia Soków Owocowych, AIJN [Kodeks Praktyki AIJN, 2018].

ZSJ produkowany jest w Polsce przez 50 zakładów przemysłowych różnej wielkości i o różnych mocach przerobowych. Mimo stosunkowo rozproszonej produkcji precyzyjne uregulowanie sposobu produkcji i parametrów jakości ZSJ powoduje, że jest to towar w skali kraju i w obrocie międzynarodowym o stosunkowo jednolitej jakości. Biorąc pod uwagę potencjał Polski jako producenta ZSJ oraz jego znormalizowaną jakość jest zrozumiałe, że ZSJ został wytypowany przez specjalistów z IERiGŻ-PIB jako towar najbardziej perspektywiczny w branży przetwórstwa owocowo-warzywnego do handlu na tworzonej *Platformie Żywnościowej* [Raport tematyczny nr 1, IERiGŻ-PIB].

Do zagęszczonego soku owocowego, zgodnie z wyżej wymienionymi regulacjami prawnymi, można dodawać jedynie następujące składniki:

- witaminy i składniki mineralne dozwolone Rozporządzeniem (WE) nr 1925/2006 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 20 grudnia 2006 r. w sprawie dodawania do żywności witamin i składników mineralnych oraz niektórych innych substancji [Dz. Urz. UE z 30.12.2006 r., L 404/6],
- dodatki do żywności dozwolone zgodnie z Rozporządzeniem (WE) nr 1333/2008 z dnia 16 grudnia 2008 r. w sprawie dodatków do żywności [Dz. Urz. UE z 21.12.2008 r., L 354/16];
- dodatkowo: ponownie wprowadzone, aromat, miazgę i komórki miąższu [Dyrektywa 2012/12/UE].

Wszystkie dodatki muszą być zawsze uwzględnione na etykiecie (jeżeli jest) oraz w dokumentach jakościowych i handlowych.

Do obrotu na *Platformie Żywnościowej* rekomenduje się dopuszczać jedynie ZSJ produkowany **bez żadnych dodatków**. Umożliwi to otrzymywanie dużych, jednolitych partii produktu i pozwoli uniknąć problemów związanych ze specyfikacją i znakowaniem partii.

1. Kryteria kwalifikowalności dla zagęszczonego soku jabłkowego

Najistotniejsze parametry jakości klarownego zagęszczonego soku jabłkowego (ZSJ), które ustalono z przedstawicielami branży sokowniczej i Stowarzyszeniem Krajowa Unia Producentów Soków (KUPS) i przedstawiono w Raporcie nr 2 z Projektu [IERiGŻ-PIB, 2018] są następujące:

- ekstrakt refraktometryczny,
- cechy organoleptyczne,
- kwasowość,
- mętność,
- barwa.

Cechy te powinny być każdorazowo badane w laboratorium zlokalizowanym w punkcie odbioru towaru (autoryzowanym magazynie) i wszystkie dostarczane do magazynu partie ZSJ musiałyby spełniać minimalne wymagania określone dla nich w punkcie (2).

Ekstrakt refraktometryczny jest kluczowym parametrem jakości ZSJ. Wskazuje bezpośrednio na zawartość substancji rozpuszczalnych, głównie cukrów, a pośrednio na stopień zagęszczenia soku. Ponad 6-krotne zagęszczenie soku jest procesem stosowanym przede wszystkim w celu otrzymania trwałego, bezpiecznego mikrobiologicznie produktu, ułatwia ponadto i zmniejsza koszty przechowywania i transportu.

Cechy organoleptyczne. Podstawowym wyróżnikiem każdego produktu spożywczego, decydującym o jego akceptacji przez podmioty zaangażowane w jego obrocie, przetwarzaniu i przez konsumenta końcowego, są jego cechy organoleptyczne. Jeżeli produkt nie spełnia podstawowych wymagań w zakresie smaku, zapachu, barwy czy wyglądu, jest automatycznie dyskwalifikowany i często powoduje to odstąpienie od dalszych badań (za wyjątkiem tych, które ewentualnie wskażą na przyczynę powstałych wad organoleptycznych). Z tego względu rutynowym postępowaniem w każdym laboratorium analitycznym jest rozpoczęcie oceny produktu spożywczego od przynajmniej podstawowej oceny cech organoleptycznych próbki. W przypadku ZSJ oceniane cechy organoleptyczne to smak, zapach, barwa i wygląd.

Kwasowość. Tradycyjnie w obrocie ZSJ parametrem decydującym o jego cenie jest kwasowość. Ze względu na fakt, że w Polsce ZSJ produkowany jest głównie z nadprodukcji i tzw. "odsortu" z jabłek konsumpcyjnych, których uprawiane odmiany, podążając za gustem odbiorców, są coraz słodsze, coraz trudniej jest uzyskać sok o wysokiej kwasowości. Również w Chinach, największym światowym producencie ZSJ, uprawiane są głównie jabłka o niskiej kwasowości. Kwaśny sok jabłkowy jest używany do kupażu z sokami mniej kwaśnymi, aby uzyskać produkt (sok, napój) o pożądanej harmonii smaku kwaśnego i słodkiego. Powoduje to, że ZSJ o wysokiej kwasowości jest coraz bardziej pożądany.

Mętność klarownych zagęszczonych soków owocowych jest istotnym elementem ich jakości, który powinien być kontrolowany każdorazowo przy przyjęciu towaru. Z definicji klarowny ZSJ powinien charakteryzować się jak najwyższą klarownością, czemu służą stosowane zabiegi technologiczne – obróbka enzymami pektynolitycznymi i amylolitycznymi, klarownie za pomocą środków klarujących, (np. żelatyna spożywcza, węgiel drzewny, bentonit) filtracja i ultrafitracja. Zmętnienie soku jabłkowego może być powodowane przez szereg substancji, takich jak pozostałości pomocy filtracyjnych, nie rozłożone do końca pektyny lub skrobia, nierozpuszczalne frakcje substancji fenolowych, komórki drobnoustrojów (bakterii, drożdży).

Barwa jest jednym z najistotniejszych parametrów jakości klarownych soków jabłkowych. Zbyt ciemna barwa może świadczyć o niewłaściwej jakości surowca, nieprawidłowo prowadzonym procesie przetwórczym, np. zbyt długim przetrzymywaniu miazgi przy dostępie powietrza, co prowadzi do reakcji enzymatycznego brunatnienia lub o stosowaniu zbyt wysokich temperatur i/lub

zbyt długiego czasu obróbki cieplnej (pasteryzacji), co z kolei może być przyczyną ciemnienia nieenzymatycznego. Z drugiej strony zbyt jasna barwa może być niekorzystnie postrzegana przez konsumentów, jako niecharakterystyczna, rozcieńczona. Zbyt jasna barwa może wynikać np. ze zbyt intensywnego procesu absorpcji związków barwnych w procesie klarowania. Barwa zagęszczonego soku jabłkowego jest wynikiem zarówno parametrów stosowanego procesu technologicznego jak i użytego surowca, np. poziomu enzymów oksydoredukcyjnych i ilości związków fenolowych w jabłkach, które bardzo różnią się pod tym względem w zależności od odmiany.

2. Minimalne wymagania jakościowe

Minimalne wymagania jakościowe ustalone z przedstawicielami branży sokowniczej i zawarte w Raporcie tematycznym nr 2 z Projektu [IERiGŻ-PIB, 2018] dla wymienionych w pkt. (1) podstawowych kryteriów kwalifikowalności ZSJ, będącego przedmiotem obrotu na *Platformie Żywnościowej*, są następujące:

- **ekstrakt refraktometryczny:** min. 70 ± 0,5°Bx

- **cechy organoleptyczne:**

- smak: charakterystyczny i typowy dla soku jabłkowego odtworzonego, nieznacznie zmieniony procesem technologicznym, bez obcych posmaków,
- zapach: charakterystyczny i typowy dla soku jabłkowego odtworzonego, bez obcych zapachów, osłabiony w wyniku oddzielenia aromatu,
- barwa: klarowny złocisto-bursztynowy sok, w odcieniach wynikających z obróbki termicznej soku,
- wygląd: klarowna ciecz, bez widocznej opalizacji, bez osadu i widocznych zanieczyszczeń.

- **kwasowość – 4 grupy:**

- grupa A – kwasowość: < 2,5% m/m jako kwas jabłkowy,
- grupa B – kwasowość: 2,5% – 3,0% m/m jako kwas jabłkowy,
- grupa C – kwasowość: 3,1% – 3,5% m/m jako kwas jabłkowy,
- grupa D – kwasowość: > 3,5% m/m jako kwas jabłkowy.

Mimo, że najbardziej pożądany jest ZSJ o wysokiej kwasowości, to mniej kwaśne produkty też znajdują nabywców i dlatego nie wydaje się celowe dzielenie ZSJ na klasy pod względem tej cechy, co sugerowałoby niższą jakość soków o mniejszej kwasowości – stąd podział na grupy, analogicznie jak w przypadku barwy.

Konsultacje z zainteresowanymi producentami wskazują na duże rozbieżności w zakresie sugerowanych przedziałów kwasowości. Zaproponowane cztery grupy mogą sprawiać również problemy w magazynowaniu towaru. Być może w praktyce okaże się, że należy zmniejszyć liczbę grup. Będzie to zależeć od możliwości magazynu autoryzowanego w zakresie składowania, ewentualnego blendowania, itp.

- **mętność w stopniach NTU:** max. 5

Niektórzy odbiorcy wymagają wartości NTU dla ZSJ nawet poniżej 2, jednak zgodnie z założeniem, że 80% krajowej produkcji danego towaru ma spełniać minimalne wymagania przyjęte w obrocie na *Platformie*, wydaje się uzasadnione przyjęcie wartości 5 jako maksymalnej dopuszczanej.

- **barwa – dwie grupy:**

jako absorbancja (A) przy długości fali 420 nm i drodze świetlnej 1 cm:

grupa A – ZSJ jasny: $0{,}1 \leq A < 0{,}5$,
grupa: B – ZSJ ciemny: $0{,}5 \leq A \leq 1{,}0$.

Pożądana barwa ZSJ zależy od jego przeznaczenia, czyli rodzaju produktu, do którego wytworzenia ma być użyty jak i od preferencji potencjalnych konsumentów (różnice w zależności od rejonu, kultury, wieku itp.). Z tego względu celowe wydaje się podzielenie partii ZSJ na dwie grupy: (A) jasny, o absorbancji mierzonej przy długości fali przy 420 nm w granicach 0,1 – 0,5 i ciemny, o absorbancji 0,5 – 1.

Niektórzy krajowi producenci stosują pomiar transmitancji przy 440 nm, przyjmując następujący podział ZSJ pod względem barwy:

$T \geq 40\% \div \leq 70\%$ – ZSJ jasny.

$T \geq 20\% \div T < 40\%$ – ZSJ ciemny.

Wydaje się jednak, że pomiar absorbancji jest częściej stosowany i zalecany w rekomendacjach Interantional Fuit Juice Union (IFU).

Wymagania dodatkowe

W celu zapewnienia właściwej jakości i bezpieczeństwa wszystkich partii ZSJ, które będą przedmiotem obrotu na *Platformie Żywnościowej*, zalecane jest, aby jakość każdej dostarczanej partii zagęszczonego soku jabłkowego była potwierdzana certyfikatem w zakresie (oprócz wyżej wymienionych podstawowych parametrów), co najmniej:

- **jakość mikrobiologiczna:**

- liczba drożdży – max. 100 jtk/g
- liczba pleśni – max. 50 jtk/g,

Rekomendowana metoda oznaczania:

- ✓ PN-ISO 21527-2:2009 Liczba drożdży i pleśni – Metoda płytkowa (posiew powierzchniowy)

- ogólna liczna drobnoustrojów – max. 1 000 jtk/g

Rekomendowana metoda oznaczania:

- ✓ IFU No. 2, April 1996 Całkowita liczba drobnoustrojów potencjalnie psujących przetwory owocowe – Metoda płytkowa (posiew wgłębny)

Dodatkowo korzystnie, chociaż nie obligatoryjnie, jest przeprowadzić badania na następujące parametry:

- **jakość mikrobiologiczna**

- liczba drożdży osmofilnych – max. 50 jtk/g

Rekomendowana metoda oznaczania:

- ✓ IFU No. 3 II, April 1996 Liczba drożdży osmofilnych – Metoda płytkowa (posiew powierzchniowy)

- liczba pleśni ciepłoopornych < 1 jtk/10 g

  Rekomendowana metoda oznaczania:

  - ✓ IFU No. 4 III, April 1996 Liczba pleśni ciepłoopornych – Metoda płytkowa (posiew wgłębny)

- liczba *Alicyclobacillus* < 1 jtk w 10 g

  Rekomendowane metody oznaczania:
  - ✓ IFU Method No. 12, September 2004 / revised March 2007 Liczba *Alicyclobacillus* sp. – Metoda filtracji membranowej
  - ✓ IFU Method No. 12, September 2004 / revised March 2007 Liczba Ali*cyclobacillus* przypuszczalnie powodujących zepsucie soków – Metoda filtracji membranowej
  - ✓

- **jakość fizykochemiczna:**

- HMF: max. 20 mg/l (w przeliczeniu na 11,2°Bx)

Rekomendowana metoda oznaczania:
- ✓ IFU Analysis No. 12 (Rev. 2005) – Detremination of hydroxymethylfurfural (HMF)

- kwasowość lotna: max 0,4 g/l (w przeliczeniu na 11,2°Bx)

Rekomendowane metody oznaczania:
- ✓ IFU Analysis No. 5 (Rev. 2005) Determination of volatile acids
- ✓ PN-A-75101/05: 1990, p. 2 – Oznaczanie kwasowości lotnej. Metoda miareczkowa po destylacji

- etanol: max. 3, 0 g/l (w przeliczeniu na 11,2°Bx)

Rekomendowane metody oznaczania
- ✓ PN-A-75101/09: 1990, p. 2 – Oznaczanie zawartości alkoholu etylowego. Metoda miareczkowa po destylacji

- kwas mlekowy: max. 0,5 g/l (w przeliczeniu na 11,2°Bx)

Rekomendowane metody oznaczania:
- ✓ PN-EN 12631:2002 Enzymatyczne oznaczanie zawartości kwasu D- i L-mlekowego – Metoda spektrometryczna z NAD
- ✓ IFU No. 53 (Rev.2005) Determiantion of lactic acid enzymatic

- kwas fumarowy: max. 5,0 mg/l (w przeliczeniu na 11,2°Bx)

Rekomendowana metoda oznaczania:
- ✓ IFU Analysis No. 72 (1998) Fumaric acid (HPLC)

- kwas galakturonowy – max. 1250 mg/l (w przeliczeniu na 11,2°Bx)

Rekomendowana metoda oznaczania:

- ✓ IFU Analysis No. 78 / Sept. 2004 – Determination of galacturonic acid using high performance anion exchange chromatography

- skrobia – nieobecna

Rekomendowana metoda oznaczania:

✓ IFU Analysis No. 73 (2000) Detection of starch in fruit juices

- pektyna – nieobecna

  Rekomendowana metoda oznaczania:

  ✓ IFU Analysis No. 68 (Rev. 2005) Test for pectin

- **substancje szkodliwe dla zdrowia:**

- patulina: max. 30 µg/l (w przeliczeniu na 11,2°Bx)

Rekomendowana metoda oznaczania:

✓ IFU Recommendation No. 2 (Rev.2005) Recommendation for the determination of patulin

Rozporządzenie Komisji (WE) nr 1881/2006 z dn. 19 grudnia 2006 r. ustalające najwyższe dopuszczalne poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych (z późniejszymi zmianami) oraz Kodeks Praktyki AIJN ustalają górny limit dla stężenia patuliny na poziomie 50 µg/l. Jednak biorąc pod uwagę znaczenie tego parametru w aspekcie potencjalnego zagrożenia zdrowotnego a jednocześnie fakt, że w większości polskich soków jabłkowych w ostatnich latach patulina nie jest stwierdzana, co zostało potwierdzone w części analitycznej badań IBPRS w Projekcie [Raport tematyczny nr 5, IBPRS], dla ZSJ w obrocie giełdowym zaleca się przyjąć niższy poziom patuliny – 30 µg/l.

- pozostałość środków ochrony roślin (w przeliczeniu na 11,2°Bx) – wymagania jak dla jabłek zgodnie z Rozp. (WE) nr 396/2005

Rekomendowana metoda oznaczania:

✓ PN-EN 15662:2018-06 – Żywność pochodzenia roślinnego – Multimetoda do oznaczania pozostałości pestycydów z zastosowaniem analizy opartej na GC i LC po ekstrakcji/podziale acetonitrylem i oczyszczaniu metodą dyspersyjnej SPE – Metoda modułowa QuEChERS

- ołów – max. 0,03 mg/kg (w przeliczeniu na 11,2°Bx)

Rekomendowana metoda oznaczania:

- ✓ PN-EN 14084:2004 Artykuły żywnościowe. Oznaczanie pierwiastków śladowych. Oznaczanie zawartości ołowiu, kadmu, cynku, miedzi i żelaza metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej (AAS) po mineralizacji mikrofalowej

Powyższe analizy powinny być wykonywane przez niezależne laboratoria, o potwierdzonych kompetencjach, wskazane jest korzystanie z laboratoriów akredytowanych zgodnie z normą ISO/IEC 17025:2017 Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących.

O ile to możliwe, wskazane jest zbadanie, oprócz wyżej wymienionych parametrów jakościowych, podstawowych wskaźników autentyczności dostarczanych partii ZSJ na zgodność z wymaganiami Kodeksu Praktyki AIJN.

3. Metody badania jakości

Ekstrakt refraktometryczny

Oznaczanie ekstraktu refraktometrycznego, czyli całkowitej zawartości substancji rozpuszczalnych w sokach owocowych, wykonuje się wg dwóch równorzędnych norm:

- PN-EN 12143:2000 Oznaczanie zawartości substancji rozpuszczalnych – Metoda refraktometryczna
- IFU Method of Analysis No. 08 (rev. 2017) – Determination of soluble solids (indirect method by refractometry)

Zasada metody pomiaru ekstraktu refraktometrycznego (zawartości substancji rozpuszczalnych) w obu normach polega na pomiarze współczynnika refrakcji produktu i odczycie wprost proporcjonalnej do współczynnika refrakcji wartości ekstraktu refraktometrycznego w procentach wagowych sacharozy (w gramach na 100 g roztworu) na skali cukrowej refraktometru. W przypadku ZSJ substancje rozpuszczalne to przede wszystkim cukry oraz kwasy organiczne, a ponadto substancje mineralne, aminokwasy i substancje fenolowe.

Ekstrakt refraktometryczny wyrażany jest w gramach na 100 g czyli w tzw. stopniach Brixa (°Bx). Stopnie Brix'a są to wartości oznaczone przy pomocy refraktometru w 20°C według Międzynarodowej Skali Cukrowej, w % wagowych, niekorygowane ze względu na kwasowość [WE-94/228][1].

[1] Przed wejściem Polski do Unii Europejskiej dokumentem określającym jakość zagęszczonego soku jabłkowego były Wymagania Eksportowe WE-94/228. Po 2004 r. norma ta stała się nieaktualna

Przygotowanie próbki zagęszczonego soku do analizy polega na jej dokładnym wymieszaniu i, o ile nie ma możliwości kompensacji temperatury w czasie pomiaru, doprowadzenie jej do wartości 20 ± 0,5°C. Jeżeli istnieje możliwość kompensacji temperatura próbki powinna być w granicach 10–30°C.

Normy są równorzędne i mogą być stosowane w laboratorium.

Cechy organoleptyczne

Istnieje wiele metod oceny jakości organoleptycznej produktów spożywczych, i nie ma pod tym względem unifikacji wśród laboratoriów kontrolnych.

Ogóle zasady przeprowadzania ocen sensorycznych przedstawione są w normie:

- PN-ISO 6658:1998 Analiza sensoryczna. Metodologia. Wytyczne ogólne.

Wymagania dotyczące pomieszczeń do przeprowadzania ocen zawiera norma:

- PN-EN ISO 8589:2010 Analiza sensoryczna. Ogólne wytyczne dotyczące projektowania pracowni analizy sensorycznej.

natomiast wymagania co do zespołu oceniających zawarte są w normie:

- PN-EN ISO 8586:2014-03 Analiza sensoryczna. Ogólne wytyczne wyboru, szkolenia i monitorowania wybranych oceniających i ekspertów oceny sensorycznej.

Wyżej wymienione normy stawiają wysokie wymagania odnośnie warunków i sposobu przeprowadzania ocen sensorycznych. W przeciwieństwie do oceny sensorycznej, która wymaga ścisłej kontroli warunków przeprowadzenia badań, w celu zapewnienia dokładności i powtarzalności wyników, ocena organoleptyczna jest to najogólniej pojęta ocena jakości towaru wykonana za pomocą zmysłów. Ocena ZSJ przeprowadzana rutynowo w zakładach przemysłowych zwykle jest oceną organoleptyczną i nie wymaga spełnienia wymagań ww. norm, chociaż, jeżeli laboratorium dysponuje takimi możliwościami, jest to bardzo korzystne.

Normą, która w pewnym zakresie może być stosowana do organoleptycznej oceny soków owocowych jest:

---

i nie jest obecnie dostępna, jednak niektóre jej zapisy są nadal użyteczne z praktycznego punktu widzenia i są przywoływane w niniejszym opracowaniu.

- IFU Analysis No. 25 (2005) – Organoleptic examination.

Norma ta przewiduje dwa schematy oceny – uproszczony i szczegółowy. W schemacie uproszczonym ocenie poddaje się pięć cech: wygląd, barwę, zapach, smak i jakość ogólną, w skali 4-punktowej, co daje w sumie 20 punktów. Do każdej z cech przypisane są cechy szczegółowe, czyli tzw. deskryptory. Jeżeli chociaż jedna cecha próbki uzyskała ocenę na poziomie 1 punktu lub suma punktów jest poniżej 15 (na 20 max.) próbka jest dyskwalifikowana. W schemacie szczegółowym oceniane są trzy wyróżniki: barwa i wygląd (1 – 4 pkt.), zapach (1 – 6 pkt.) i smak (1 – 10 pkt.). Dyskwalifikacja próbki następuje, gdy chociaż jedna cecha została oceniona na 1 punkt lub całkowita liczba punktów jest mniejsza niż 12 (na 20 max.).

Norma zaleca, aby ocena była przeprowadzana przez co najmniej 3 doświadczonych panelistów; określa wymagania, jakie mają oni spełnić oraz wymagania odnośnie pomieszczenia do badań. Pomieszczenie to ma być w pobliżu, lecz oddzielone od pokoju przygotowania próbek, powinno być ciche, ściany i meble powinny być w neutralnych barwach (białe lub jasno-szare). Pomieszczenie powinno być jasne, z wentylacją, chronione przed zapachami. Temperatura i wilgotność powinny być komfortowe dla oceniających.

Jak wynika z opisu poszczególnych cech, metoda przedstawiona w IFU 25 dotyczy zasadniczo oceny soków bezpośrednich lub soków odtworzonych z soku zagęszczonego z dodatkiem aromatu. W przypadku soku zagęszczonego zapach jest zdecydowanie osłabiony, gdyż większość aromatu jest usuwana w procesie zagęszczania, co wpływa również na smak produktu.

Uproszczona i, jak się wydaje, bardziej dostosowana do warunków laboratorium przyzakładowego, metoda oceny jakości organoleptycznej ZSJ jest przedstawiona w normie:

- WE-94/228. Przetwory owocowe. Sok jabłkowy zagęszczony.

Przygotowanie próbek do badania polega na odtworzeniu ZSJ wodą destylowaną co najmniej 1 godz. przed oceną i przykrycie ich na ten czas szkiełkiem zegarkowym. Ze względu na zalecenia Kodeksu Praktyki AIJN dotyczące minimalnego ekstraktu soków odtworzonych, ocenę organoleptyczną ZSJ należy przeprowadzić przy 11,2% ekstraktu. Ocenie organoleptycznej na zgodność z wymaganiami poddawane są cztery cechy ZSJ: smak, zapach, czystość i barwa.

Biorąc pod uwagę fakt, że nie ma obowiązującej normy na ocenę organoleptyczną ZSJ w rozdziale 9. Rekomendacje przedstawiono uproszczoną metodę

oceny, opartą na dwóch ww. normach, która będzie możliwa do przeprowadzenia w warunkach laboratorium przy magazynie.

Kwasowość

Oznaczanie kwasowości miareczkowej (ogólnej) można wykonać wg następujących norm:

- PN-EN 12147:2000 Oznaczanie kwasowości miareczkowej.
- IFU Method of Analysis No. 3 (rev. 2017) – Titratable acidity.
- PN-90/A-75101/04 Przetwory owocowe i warzywne. Przygotowanie próbek i metody badań fizykochemicznych. Oznaczanie kwasowości ogólnej (norma nieaktualna).

Zasada metod opisanych w dwóch pierwszych normach, PN-EN 12147:2000 i IFU 3, polega na pomiarze zawartości organicznych i nieorganicznych kwasów, w przeliczeniu na kwas cytrynowy, jabłkowy lub winowy, poprzez potencjometryczne miareczkowanie standardowym 0,25 N wodorotlenkiem sodu. Próbkę pobiera się objętościowo, po odtworzeniu do ekstraktu refraktometrycznego 11,2°Bx. Miareczkowanie próbki prowadzi się do pH 8,1, jeżeli wynik wyrażamy w przeliczeniu na kwas cytrynowy lub jabłkowy albo do pH 7,0, jeżeli wynik wyrażony ma być w przeliczeniu na kwas winowy. Kwasowość oznaczona w ten sposób wyrażana jest w milimolach H^+ na litr lub w gramach kwasu na litr soku odtworzonego. Aby można było wynik wyrazić w % m/m, należy dodatkowo oznaczyć gęstości miareczkowanego odtworzonego soku. Wiąże się to z koniecznością pracochłonnego oznaczania gęstości metodą piknometryczną lub densytometryczną, z zastosowaniem densytometru oscylacyjnego. Z °°tego względu prościej jest przeprowadzić oznaczenie wg PN-90/A-75101/04, która pozwala na bezpośrednie oznaczenie kwasowości ogólnej w przeliczeniu na masę ZSJ.

Norma PN-90/A-75101/04 przewiduje dwie metody oznaczania kwasowości: potencjometryczną i wizualną. Metoda potencjometryczna, w której punkt końcowy miareczkowania jest wyznaczany przy użyciu pehametru jest dokładniejsza i łatwiejsza w stosowaniu niż subiektywna obserwacja zamiany barwy fenoloftaleiny w metodzie wizualnej. Do miareczkowania można również zastosować titrator.

Zasada metody polega na zobojętnieniu ogólnej zawartości kwasów obecnych w odważonej próbce ZSJ przez potencjometryczne miareczkowanie 0,1 n roztworem wodorotlenku sodowego do pH 8,1. Przygotowanie próbki do miareczkowania polega jedynie na jej dokładnym wymieszaniu, odważeniu

i rozcieńczeniu wodą destylowaną. Wynik przedstawiany jest w g kwasu, zwykle jabłkowego, w 100 g ZSJ.

Mętność

Pomiaru mętności ZSJ dokonuje się metodą nefelometryczną. Wynik pomiaru mętności jest zależny od wielu czynników i z tego względu porównywać można tylko wartości uzyskane w podobnych warunkach. Nie jest dostępna żadna norma dotycząca pomiaru mętności w sokach, istnieją jedynie rekomendacje IFU:

- IFU Recommendation No. 07 (2003) – Turbidity measurements.

Zasada pomiaru zmętnień za pomocą turbidymetru (nefelometru) polega na pomiarze natężenia światła rozproszonego przez cząstki zawieszone w roztworze, pod określonym kątem względem wiązki padającej. Jednostką mętności jest NTU (Nefelometric Turbidity Unit). 1 jednostka NTU odpowiada wartości uzyskanej w nefelometrze w świetle podczerwonym, dla roztworu sporządzonego z 1 mg formazyny rozpuszczonego w 1 litrze świeżo redestylowanej wody o przewodności ≤ 5 µS/cm.

Na pomiar mętności mają wpływ przede wszystkim następujące czynniki:

- długość stosowanej fali światła, związana ze stosowanym źródłem – wolframowe, halogenowe,
- stosowany filtr światła,
- kąt pomiaru.

W Unii Europejskiej stosowane są zwykle turbidymetry zgodne z normą PN-EN ISO 7027-1:2016-09 Jakość wody – Oznaczanie mętności – Część 1: Metody ilościowe.

Zgodnie z rekomendacją IFU No 07 (2003) do pomiaru mętności soków najkorzystniej jest stosować następujące warunki:

- system „ratio” (z wykorzystaniem całego zespołu detektorów),
- filtr 860 nm ± 60 nm,
- kąt pomiaru detektora 90 ± 2,5°,
- kąt szczeliny: 20 – 30°.

Dokładne rekomendacje dotyczące przeprowadzenia pomiaru mętności zawarto w pkt. 9.3 (Rekomendacje).

Barwa

Oznaczenie barwy ZSJ przeprowadza się metodą spektrofotometryczną. Zalecaną normą wg której należy przeprowadzić to oznaczenie jest:

- IFU Analysis, method No. 80 (2010) – Measurement of the colour of clear and hazy juices (spectrophotometric method).

Zasada metody oznaczania barwy ZSJ polega na spektrofotometrycznym pomiarze absorbancji lub transmitancji w widzialnym zakresie widma. W sokach żółtych/brązowych, takich jak sok jabłkowy norma IFU 80 zaleca pomiar absorbancji przy długości fali 430 nm. Wg informacji uzyskanych od krajowych producentów i z praktyki laboratorium IBPRS wynika, że najczęściej stosowany jest pomiar barwy ZSJ przy długości fali 420 nm.

Procedura pomiaru barwy ZSJ polega na doprowadzeniu ekstraktu soku do minimalnej wartości dla jabłkowego soku odtworzonego wg Kodeksu Praktyki, czyli 11,2°Bx i pomiarze absorbancji zgodnie z instrukcją spektrofotometru przy 420 nm, stosując wodę jako próbkę ślepą.

4. Metody próbobrania

Próbki ZSJ do analiz należy pobrać w sposób gwarantujący reprezentowanie dostarczanej partii.

Próbki pobiera się z każdej cysterny, o ile to możliwe z trzech poziomów – z dołu, ze środka i z góry w równych objętościach [Rembowski i Kwaśniewski 1970].

Zgodnie z WE-94/228:

- w przypadku opakowania jednostkowego o masie powyżej 5 ton należy pobrać 1 próbkę,
- w przypadku opakowania jednostkowego o masie poniżej 5 ton należy pobrać nie mniej niż 3 próbki z 2 – 4 opakowań jednostkowych obliczonych w stosunku do ogólnej liczby tych opakowań w partii.

Z wytypowanych opakowań jednostkowych należy pobrać ok. 600 ml soku zagęszczonego. W przypadku cystern i zbiorników pobiera się 6 do 8 próbek pierwotnych przy pomocy zgłębnika lub czerpaka, z różnych miejsc zbiornika, z których sporządza się średnią próbkę laboratoryjną w ilości ok. 600 ml. Próbkę umieszcza się w sterylnym pojemniku, zabezpiecza i oznacza w sposób przewidziany procedurami laboratorium.

Z kolei wg PN-72-A-75050 Przetwory owocowe, warzywne, wina i miody pitne. Pobieranie próbek (norma nieaktualna), z każdego zbiornika należy pobrać 5 próbek tzw. pierwotnych o objętości 200 g i połączyć w jedną próbkę "ogólną" o pojemności 1 000 g.

Rozporządzenie Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi z dn. 7 marca 2003 r. (z późniejszymi zmianami) w sprawie szczegółowych warunków pobierania próbek artykułów rolo-spożywczych określa wymagania dotyczące, m.in. sposobu pobierania próbek, sprzętu do ich pobierania, postępowania z pobranymi próbkami, sposobu sporządzania protokołu z pobrania próbki, tworzenia i sposobu opakowania średnich próbek laboratoryjnych.

Na podstawie ww. dokumentów zaproponowano sposób pobierania próbek ZSJ z cysterny, stanowiącej obligatoryjne opakowanie ZSJ w obrocie na *Platformie Żywnościowej*, przedstawiony w pkt. 9.4 (Rekomendacje).

5. Wyposażenie niezbędne do oceny jakości zagęszczonego soku jabłkowego w laboratorium przy magazynie

Niezbędne wyposażenie:

– refraktometr o podziałce co najmniej 0,01% sacharozy, z możliwością pomiaru temperatury z dokładnością ± 0,5°C, lub z możliwością kompensacji temperatury do wartości 20°C, o dokładności pomiaru dla ZSJ co najmniej ± 0,05°Bx.

– spektrofotometr, umożliwiający pomiar z absorbancji i transmitancji z dokładnością co najmniej ±0,005 jednostek absorbancji przy 430 nm, wyposażony w kuwety o długości drogi optycznej 10 mm, szklane, krzemowe lub plastikowe.

– mętnościomierz laboratoryjny, który spełnia wymagania normy ISO 7027. Charakterystyka mętnościomierza jest następująca:

- dioda LED emitująca światło o długości fali 860 ± 30 nm,
- pomiar w jednostkach NTU,
- dokładność pomiaru NTU: co najmniej ± 2% odczytu plus 0,01 NTU w zakresie od 0 – 100 NTU,

– pehametr o dokładności nie mniejszej niż 0,01 jednostki pH, w zakresie pH 4 – 9,

– elektroda szklana do oznaczania pH i elektroda odniesienia, np. elektroda kalomelowa, zamiennie: elektroda szklana kombinowana,

– mieszadło magnetyczne,

– waga laboratoryjna o dokładności ważenia co najmniej ± 0,01 g,

– biureta o pojemności 25 ml lub 50 ml z podziałką nie większą niż 0,1 ml,

– titrator do zautomatyzowanego pomiaru kwasowości – opcyjnie.

Całe wyposażenie laboratorium powinno być objęte nadzorem metrologicznym, obejmującym sprawdzanie wewnętrzne jak również okresowe wzorcowanie przyrządów w Głównym Urzędzie Miar lub innej Krajowej Instytucji Metrologicznej albo Instytucji Desygnowanej, będącej depozytariuszem wzorców państwowych, lub akredytowanym laboratorium wzorcującym, zgodnie z harmonogramem i procedurami obowiązującymi w laboratorium i wytycznych producenta urządzeń pomiarowych.

6. Opakowanie

Opakowanie jednostkowe ZSJ stanowią najczęściej [WE-94/288]:

- pojemniki (z materiałów posiadających atest dopuszczający do kontaktu z żywnością) o masie do 250 kg. Najczęściej stosowane są beczki metalowe, nowe lub rekondycjonowane, zabezpieczone workiem osłonowym oraz workiem z zamknięciem ELPO 1', rozlane aseptycznie lub nieaseptycznie. Napełnione beczki po zadeklowaniu są plombowane.
- cysterny samochodowe lub wagonowe powlekane od wewnątrz wykładziną kwasoodporną. Cysterny powinny być zaopatrzone w potwierdzony certyfikat mycia.
- opakowania transportowe ZSJ powinny być całe, czyste i dostatecznie mocne, aby zabezpieczyć towar w sposób właściwy w czasie transportu i manipulacji przeładunkowych.

Opakowaniem transportowym rekomendowanym do przewożenia ZSJ będącego w obrocie na *Platformie Żywnościowej* są cysterny o ładowności 25 ton.

Pakowanie ZSJ musi być przeprowadzane z zachowaniem Dobrej Praktyki Produkcyjnej (GMP). Cysterny muszą być właściwie oznakowane, muszą być zamknięte i powinny być zaplombowane natychmiast po napełnieniu za pomocą plomb wskazujących próbę manipulacji/otwarcia. Cysterny powinny być zaopatrzone w potwierdzony certyfikat mycia.

7. Znakowanie

Wskazówki dotyczące znakowania zagęszczonych soków owocowych przedstawione są w opracowaniu stowarzyszenia europejskich producentów soków – SGF (Sure-Global-Fair) „Code of labelling / Raw materials (IRMA/Col)"

– Kodeks znakowania półproduktów. Są one dostępne na stronie internetowej SGF.

SGF/IRMA Code of Labelling został opracowany w 2003 r. jako narzędzie do prawidłowego i ujednoliconego znakowania beczek i innych zbiorników, w których przechowywane i transportowane są zagęszczone soki owocowe, przeciery i podobne produkty. Stosowanie tych wytycznych przez producentów i dystrybutorów pozwala uniknąć zamieszania i problemów podczas inspekcji materiałów przychodzących do punktów rozlewu i blendowania. Kodeks ten stał się jednym ze zalecanych elementów zasad systemu kontroli przedsiębiorstw zrzeszonych w SGF.

SGF opracowało "standardową etykietę", uwzględniającą pełny zakres przepisów prawnych dotyczących surowców dla przemysłu sokowniczego, pozwalającą na jednolite i jasne oznakowanie zagęszczonych soków. System znakowania przyczynia się do zebrania wszystkich danych niezbędnych do zachowania identyfikowalności w łańcuchu produkcji, ułatwia wewnętrzną kontrolę w przedsiębiorstwie i zapobiega nieprawidłowemu wykorzystaniu surowców.

Poniżej przedstawiano zasady znakowania ZSJ będącego w obrocie na *Platformie Żywnościowej*, opracowane na podstawie IRMA/CoL.

1. Etykieta ma minimum 11 pól, które zawierają następujące obowiązkowe informacje:

- ✓ Wyprodukowany przez
- ✓ Produkt
- ✓ Dodatki
- ✓ Kod produktu
- ✓ Ekstrakt refraktometryczny w °Brix
- ✓ Kwasowość
- ✓ Kraj pochodzenia
- ✓ Dane umożliwiające identyfikowalność
- ✓ Warunki przechowywania
- ✓ Pełna data dzień/miesiąc/rok
- ✓ Waga neto lub pojemność netto

- Wszystkie powyższe informacje muszą być umieszczone na JEDNEJ etykiecie

- Pola na etykiecie muszą być wypełnione z użyciem wyłącznie wymienionych wyżej określeń.

- Wszystkie pola na etykiecie muszą być wypełnione. Jeśli np. produkt nie posiada kodu produktu, pole to powinno być wypełnione słowami „nie dotyczy". Nie należy zostawiać niewypełnionych pól.

- Etykieta nie jest ograniczona do pól wymienionych powyżej, dodatkowe pola mogą być tam umieszczone jeśli jest to konieczne, np. „użyć do" lub „waga brutto".

2. Objaśnienia do poszczególnych informacji

- **Wyprodukowane przez:** Dokładna nazwa firmy, która wyprodukowała lub zblendowała produkt. Na etykiecie nie powinno być żadnych informacji o pośrednikach czy osobach trzecich działających w imieniu producenta.
- **Produkt:** Na produkcie wymagany jest pełny jego opis. Powinny się na nim znajdować:
  – prawna nazwa, jeśli istnieje, lub
  – nazwa uzgodniona pomiędzy kupującym a sprzedającym, lub
  – nazwa zwyczajowa towarzysząca produktowi.
- **Dodatki:** Każda substancja dodana do produktu, która jest określona jako substancja dodatkowa zgodnie z Dyrektywą 95/2/EC dotycząca substancji dodatkowych do produktów spożywczych oraz Dyrektywami: 94/35/EC dotyczącą barwników w produktach spożywczych; 88/388/EEC dot. aromatów w produktach spożywczych, 94/36/EC dot. substancji słodzących wraz z późniejszymi zmianami.
- Pole to powinno się znajdować na etykiecie zgodnie z wymaganiami IRMA/CoL, mimo, że zakłada się, że w obrocie na *Platformie Żywnościowej* będą jedynie ZSJ bez żadnych dodatków.
- **Kod produktu:** każda kombinacja liter i/lub numerów, ustalona przez przetwórcę definiujący produkt.
- **BRIX:** ekstrakt ZSJ w stopniach Brix.
- **Kwasowość:** konieczne podanie jest jednostki wraz z informacją, na jaki kwas przeliczono, np.:
  - 15,0 g/l w przeliczeniu na bezwodny kwas cytrynowy
  - 4,3 g/kg w przeliczeniu na jednowodny kwas cytrynowy
  - 5,9 g/l w przeliczeniu na kwas jabłkowy, winowy, itp.
- **Kraj pochodzenia:** Nazwa kraju, w którym produkt został wyprodukowany.
- **Identyfikowalność:** Dowolna kombinacje liter i/lub cyfr, które umożliwią zidentyfikowanie produktu i partii. W przypadku problemów, dane w tym

polu stanowią wszystkie informacje, których producent wymaga od użytkownika, aby prześledzić szczegółowo produkt. Dane identyfikowalności produktu – numer partii i szarży muszą się w pełni zgadzać z dokumentacją dostawy.

- **Warunki przechowywania:** Warunki w jakich towar powinien być przechowywany, aby zapewnić mu optymalną ochronę.
- **Data napełnienia – dzień/miesiąc/rok:** Data, w której dany produkt został umieszczony w opakowaniu (beczka, cysterna). Data powinna być w formacie otwartym – dzień/miesiąc/rok.
- **Masa netto lub pojemność netto:** Pole to powinno zawierać jednostki miary, np. kg, litr, itp.

3. Właściwości etykiety

- Minimalna wielkość 125 x 80 mm (bardzo polecana).
- Maksymalna wielkość A5 148 x 210 mm.
- Materiał, z którego została wytworzona etykieta, powinien charakteryzować się odpornością na mróz i nie namiękać przy namoczeniu.
- Tusz i materiał użyty do produkcji etykiet powinien być odporny na ścieranie, wodę i działanie promieni UV.
- Klej powinien być trwały i odporny na niskie temperatury.
- Klej powinien być odporny na działanie czasu i na promienie UV.

4. Czcionka

- Wszystkie 11 pól na etykiecie powinno mieć informacje wydrukowane, żadne z nich nie może być wpisane ręcznie.
- Litery powinny być takiej wielkości, aby móc je swobodnie przeczytać, nawet przy złym oświetleniu.
- Zaleca się aby:
  – minimalna wielkość liter w polu i danych była „czytelna”,
  – czcionka którą etykieta jest wydrukowana powinna być prosta i łatwa do odczytania, np. Arial,
  – druk powinien być ciemny na jasnym tle, dobrej jakości.
  – cały wydruk powinien pozostać czytelny, bez znikania i zamazywania w przypadku zamoknięcia etykiety.

5. Etykietowanie

- Etykieta powinna być umieszczona na boku kontenera, a nie na wieku, w miejscu, które jest najmniej narażone na zniszczenie lub zmazanie podczas przenoszenia i magazynowania. Zalecenie: w szczególności w przypadku beczek druga etykieta (duplikat) powinna być umieszczona o 180° w stosunku do pierwszej (po przeciwnej stronie). Zapewni to, że etykiety będą widoczne (a kod kreskowy może być zeskanowany), jakkolwiek beczki będą ułożone na palecie.

- Dodatkowe etykiety nie powinny być NIGDY umieszczane wewnątrz pojemników. Może to nieść znaczne ryzyko zanieczyszczenia zawartości, w szczególności przy automatycznym opróżnianiu beczek.

- Wszystkie etykiety powinny silnie przylegać do kontenera i nie odpaść pod wpływem zimna, mrozu i wilgoci.

- Wszystkie informacje, zarówno obowiązkowe jak i dodatkowe, powinny być umieszczone na jednej etykiecie, a nie jedne informacje na jednej etykiecie, a inne gdzie indziej, np. na drugiej etykiecie lub drukowane bezpośrednio na beczce.

- W przypadku powtórnego użycia beczek lub cysterny muszą być z niej usunięte wszelkie stare etykiety.

6. Dokumentacja

Wszystkie informacje wymagane dla identyfikowalności powinny być pogrupowane w jednym miejscu z odpowiednim nagłówkiem „dane dotyczące identyfikowalności”, Nazwa produktu na beczce powinna być identyczna jak w dokumencie. Powinno się używać terminu „Kod produktu”, a nie ID produktu czy Ref. produktu.

PRZYKŁAD ETYKIETY ZAGĘSZCZONEGO SOKU JABŁKOWEGO

<table>
<tr><td colspan="2">Wyprodukowany przez:
POLKONC Sp. z o.o.</td></tr>
<tr><td colspan="2">Produkt:
Zagęszczony klarowny sok jabłkowy</td></tr>
<tr><td colspan="2">Dodatki:
Brak</td></tr>
<tr><td colspan="2">Kod produktu:
SJ-659874</td></tr>
<tr><td>Kwasowość:
3,5 g/l jako kwas jabłkowy</td><td>Brix:
70,1</td></tr>
<tr><td colspan="2">Kraj pochodzenia:
POLSKA</td></tr>
<tr><td colspan="2">Identyfikowalność:
Partia 65 B54698 17/3/01</td></tr>
<tr><td colspan="2">Przechowywanie:
w chłodzie 0 – 5^0 C</td></tr>
<tr><td colspan="2">Pełna data: d/m/r
18-Październik-01</td></tr>
<tr><td colspan="2">Waga netto
25 000 kg</td></tr>
</table>

8. Warunki przechowywania

Zagęszczony sok jabłkowy o ekstrakcie powyżej 70°Bx, ze względu na niską aktywność wodną, jest produktem trwałym pod względem mikrobiologicznym i nie ulega zafermentowaniu podczas przechowywania. Jednak w trakcie składowania soku zagęszczonego w temperaturze pokojowej (15 – 20°C) mogą z czasem ulegać pogarszaniu jego cechy organoleptyczne. Najczęściej jest to wynikiem reakcji brunatnienia nieenzymatycznego, w wyniku którego powstają związki Maillarda (połączenie aminokwasów z cukrami redukującymi) i barwa zagęszczonego soku staje się ciemniejsza, brązowa. W wyniku długotrwałego przechowywania w wysokich temperaturach różnym reakcjom podlegają ponadto związki smakowo-zapachowe, co jest przyczyną niekorzystnych zmian sensorycznych. W przypadku ZSJ otrzymywanych z jabłek przechowalniczych, przetrzymywanych w chłodni przez kilka miesięcy, których skażenie mikrobiologiczne jest znacznie większe niż jabłek świeżych, może dojść do rozwoju niekorzystnej mikroflory i nawet zafermentowania produktu.

Z tego względu zagęszczony sok jabłkowy powinien być przechowywany w niskich temperaturach, w zakresie 0 – 7°C. Typowa temperatura magazynów, w których składuje się ZSJ to 4°C.

Do przechowywania ZSJ stosuje się zbiorniki kwasoodporne w kształcie cylindra, zwykle o pojemności 50 – 1000 m^3. Są one wyposażone w otwór włazowy, zawory i płynowskazy. Zbiorniki powinny być wyposażone w system mycia (np. typu CIP). Po umyciu z zastosowaniem powszechnie stosowanych środków myjących zbiorniki są dezynfekowane odpowiednimi środkami dezynfekującymi lub żywą parą. Czystość zbiorników jest sprawdzana zgodnie z wewnętrznymi przepisami obowiązującymi w zakładzie.

W trakcie przechowywania ZSJ prowadzi się okresową kontrolę jakości, zgodnie z planem badań zakładu.

Magazynowanie ZSJ powinno odbywać się w pomieszczeniach spełniających wszystkie wymagania ogólne dotyczące magazynowania, jednak ze szczególnym uwzględnieniem wymagań dotyczących temperatury składowania.

Magazyny przeznaczone do składowania ZSJ powinny być magazynami zamkniętymi, powinny być czyste, suche, bez zapachów, zabezpieczone przed dostępem szkodników i dezynfekowane. Nawierzchnia powinna być cała, równa, utwardzona, umożliwiająca utrzymanie higieny. Magazyny powinny być bez światła naturalnego lub ze słabym oświetleniem naturalnym, przy czym zalecane jest zaciemnienie świetlików. Światło sztuczne powinno być elektryczne, a punkty świetlne tak rozmieszczone, aby dobrze oświetlały drogi przejazdowe i miejsca przygotowania towaru. Drogi przejazdowe powinny być odpowiedniej szerokości i oznakowane widocznymi pasami zapewniającymi bezpieczny transport. Drzwi i bramy powinny mieć wymiary tak dobrane, aby nie utrudniały przemieszczania ładunku. Magazyny powinny być wyposażone w przyrządy do pomiaru temperatury i wilgotności oraz niezbędny sprzęt przeciwpożarowy.

9. REKOMENDACJE DLA POTRZEB *PLATFORMY ŻYWNOŚCIOWEJ*

9.1. Kryteria kwalifikowalności dla zagęszczonego soku jabłkowego

Rekomendowane są następujące podstawowe kryteria kwalifikowalności dla zagęszczonego soku jabłkowego będącego przedmiotem obrotu na *Platformie Żywnościowej*:

- ekstrakt refraktometryczny,
- cechy organoleptyczne: smak, zapach, barwa i wygląd,
- kwasowość,
- mętność,
- barwa.

Cechy te powinny być każdorazowo badane w laboratorium zlokalizowanym w punkcie odbioru towaru przy autoryzowanym magazynie.

9.2. Minimalne wymagania jakościowe

W tabeli III.1 przedstawiono minimalne wymagania jakościowe dla podstawowych parametrów ZSJ będącego w obrocie na *Platformie Żywnościowej*. Parametry te powinny być sprawdzane dla każdej partii dostarczanej do magazynu autoryzowanego w laboratorium funkcjonującym przy magazynie.

Tabela III.1 Minimalne wymagania jakościowe dla zagęszczonego soku jabłkowego – parametry podstawowe

Cecha	Wymagania
Ekstrakt refraktometryczny [°Bx]	min. 70 ± 0,5
Smak	charakterystyczny i typowy dla soku jabłkowego odtworzonego, nieznacznie zmieniony procesem technologicznym, bez obcych posmaków
Zapach	charakterystyczny i typowy dla soku jabłkowego odtworzonego, bez obcych zapachów, osłabiony w wyniku oddzielenia aromatu
Barwa	klarowny złocisto-bursztynowy sok, w odcieniach wynikających z obróbki termicznej soku
Wygląd	klarowna ciecz, bez widocznej opalizacji, bez osadu i widocznych zanieczyszczeń
Kwasowość [% m/m w przeliczeniu na kwas jabłkowy]	Grupa A: < 2,5 Grupa B: 2,5% – 3,0 Grupa C: 3,1% – 3,5 Grupa D: > 3,5
Mętność w stopniach NTU, nie więcej niż	5,0
Barwa [absorbancja przy długości fali 420 nm i długości drogi świetlnej 1 cm]	grupa A – ZSJ jasny: $0,1 \leq A < 0,5$ grupa: B – ZSJ ciemny: $0,5 \leq A \leq 1,0$

Zalecane jest, aby jakość każdej dostarczanej partii zagęszczonego soku jabłkowego będącego przedmiotem obrotu na *Platformie Żywnościowej* była potwierdzana certyfikatem w zakresie parametrów podanych w tabeli III.2.

Tabela III.2 Minimalne wymagania jakościowe dla zagęszczonego soku jabłkowego – parametry dodatkowe

Cecha	Wymagania
Wymagania mikrobiologiczne	
liczba drożdży [jtk/g] nie więcej niż	100
liczba pleśni [jtk/g] nie więcej niż	50
ogólna liczna drobnoustrojów [jtk/g] nie więcej niż	1 000
liczba drożdży osmofilnych [jtk/g] nie więcej niż	50
liczba pleśni ciepłoopornych [jtk/10 g] nie więcej niż	1
liczba *Alicyclobacillus* [jtk/10 g] nie więcej niż	1
Wymagania fizykochemiczne	
HMF [mg/l] nie więcej niż	20*
kwasowość lotna [g/l] nie więcej niż	0,4*
etanol [g/l] nie więcej niż	3,0*
kwas mlekowy [g/l] nie więcej niż	0,5*
kwas fumarowy [mg/l] nie więcej niż	5,0*
kwas galakturonowy [mg/l] nie więcej niż	1250*
skrobia	nieobecna
pektyna	Nieobecna
Substancje szkodliwe dla zdrowia	
patulina [µg/l] nie więcej niż	30*
pozostałość środków ochrony roślin	brak przekroczeń i niedozwolonych substancji aktywnych* – wymagania jak dla jabłek zgodnie z Rozp. (WE) nr 396/2005
ołów mg/kg nie więcej niż	0,03*

* w przeliczeniu na sok odtworzony o ekstrakcie 11,2 °Bx.

Powyższe parametry powinny być oznaczane przez niezależne laboratoria, o potwierdzonych kompetencjach, zgodnie z zasadami dobrej praktyki laboratoryjnej (GLP). Wskazane jest korzystanie z laboratoriów akredytowanych zgodnie z normą ISO/IEC 17025:2017 Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących.

O ile to możliwe, wskazane jest zbadanie, oprócz wyżej wymienionych parametrów jakościowych, podstawowych wskaźników autentyczności dostarczanych partii ZSJ na zgodność z wymaganiami Kodeksu Praktyki AIJN.

9.3. Metody stosowane do oznaczania jakości zagęszczonego soku jabłkowego

Ekstrakt refraktometryczny

Oznaczanie ekstraktu refraktometrycznego należy wykonać wg jednej z dwóch równorzędnych norm:

- PN-EN 12143:2000 Oznaczanie zawartości substancji rozpuszczalnych – Metoda refraktometryczna.
- IFU Method of Analysis No. 08 (rev. 2017) – Determination of soluble solids (indirect method by refractometry).

Cechy organoleptyczne

Minimalne wymagania co do zespołu oceniających

Ocena powinna być przeprowadzana przez osobę lub, o ile to możliwe, zespół osób, o sprawdzonej zdolności do przeprowadzania ocen organoleptycznych, potwierdzonej w testach na rozpoznawanie podstawowych smaków i zapachów, charakteryzujących się dobrym zdrowiem. Oceniający powinni mieć doświadczenie w zakresie oceny jakości organoleptycznej podstawowych wyróżników ZSJ – smaku, zapachu, barwy i wyglądu.

Oceniający powinni na co najmniej godzinę przed oceną powstrzymać się od jedzenia, picia i palenia, nie powinni używać pachnących kosmetyków ani perfum.

Minimalne wymagania co do pomieszczenia do przeprowadzenia oceny

Pomieszczenie to ma być w pobliżu, lecz oddzielone od pokoju przygotowania próbek, powinno być ciche, jasne, z wentylacją (najkorzystniej klimatyzowane), chronione przed zapachami. Temperatura i wilgotność powinny być komfortowe dla oceniających. Oceniający powinni pracować w identycznych warunkach lecz oddzielnie, najkorzystniej w wydzielonych boksach.

Przygotowanie próbek do badań

Przygotowanie próbek do badania polega na odtworzeniu dobrze uprzednio wymieszanego ZSJ wodą destylowaną do ekstraktu refraktometrycznego 11,2°Bx. Co najmniej 1 godz. przed oceną odtworzony sok należy umieścić w przezroczystych (szklanych lub plastikowych) naczyniach i przykryć na ten czas szkiełkiem zegarkowym. Minimalna objętość ocenianej próbki powinna wynosić 30 ml. Temperatura próbek powinna wynosić ok. 18°C.

Przeprowadzenie oceny

Próbki podawane są oceniającym anonimowo i są oznaczone odpowiednim kodem identyfikującym. Maksymalna liczba próbek oceniana w czasie jednej sesji nie powinna przekraczać 15. Próbki należy przedstawiać oceniającym w grupach po 3 – 6 próbek. Pomiędzy sesjami należy zrobić przerwę. Ocenie organoleptycznej na zgodność z wymaganiami poddawane są cztery cechy ZSJ: smak, zapach, barwa i wygląd. Oceniający przedstawiają swoje oceny na piśmie na arkuszu ocen, nie komunikując się między sobą. Po zakończeniu oceny i zebraniu arkuszy ocen, wyniki są omawiane, a próbki pozostawione do dyspozycji oceniających do końca dyskusji. Jeżeli zespół oceniających nie osiągnie konsensusu odnośnie spełnienia wymagań organoleptycznych przez próbkę pod względem każdej ocenianej cechy, powinno się ją poddać ponownej ocenie.

Wymagania odnośnie jakości organoleptycznej ZSJ – zgodne z tabelą III.1

Dokumenty związane:

- PN-ISO 6658:1998 Analiza sensoryczna. Metodologia. Wytyczne ogólne.
- PN-EN ISO 8589:2010 Analiza sensoryczna. Ogólne wytyczne dotyczące projektowania pracowni analizy sensorycznej.
- PN-EN ISO 8586:2014 – 03 Analiza sensoryczna. Ogólne wytyczne wyboru, szkolenia i monitorowania wybranych oceniających i ekspertów oceny sensorycznej.
- IFU Analysis No 25 (2005) – Organoleptic examination.
- WE-94 nr 228. Przetwory owocowe. Sok jabłkowy zagęszczony.

Kwasowość

Oznaczanie kwasowości miareczkowej (ogólnej) należy wykonać wg normy:

- PN-90-A-75101-04 Przetwory owocowe i warzywne. Przygotowanie próbek i metody badań fizykochemicznych. Oznaczanie kwasowości ogólnej (norma nieaktualna).

Zaleca się miareczkowanie potencjometryczne, z zastosowaniem pehametru lub titratora.

Mętność

Pomiaru mętności ZSJ należy dokonać zgodnie z instrukcją turbidymetru i rekomendacją IFU:

- IFU Recommendation No. 07 (2003) – Turbidity measurements Stosowany turbidymetr powinien spełniać wymagania PN-EN ISO 7027-1:2016-09 Jakość wody – Oznaczanie mętności – Część 1: Metody ilościowe.

Warunki pomiaru są następujące:

- ✓ system „ratio" (z wykorzystaniem całego zespołu detektorów)
- ✓ filtr 860 nm ± 60 nm
- ✓ kąt pomiaru detektora 90 ± 2,5°
- ✓ kąt szczeliny: 20 – 30°

Rekomendowane jest każdorazowe sprawdzenie przyrządu z zastosowaniem wzorców formazynowych, najkorzystniej stabilizowanych certyfikowanych wzorców komercyjnych.

W celu zapewnienia dokładności i powtarzalności pomiarów należy przestrzegać następujących zasad:

- używać tej samej kuwety lub kuwet o takiej samej (zbliżonej) absorbancji, w identycznym ustawieniu do kalibracji i pomiarów,
- kuweta nie może być widocznie zarysowana,
- kuweta powinna być skrupulatnie czyszczona, z użyciem ciepłej wody z detergentem i płukana redestylowaną, ultrafiltrowaną lub dejonizowaną wodą,
- przed pomiarem, o ile to konieczne, należy usunąć pęcherzyki powietrza przez umieszczenie kuwety w łaźni ultradźwiękowej na 1 min,
- przed odczytem zewnętrzne ścianki kuwety należy pokryć cienką warstwą oleju silikonowego, w celu zamaskowania niewielkich nierówności, przez przetarcie ściereczką bezpyłową z minimalną ilością olejku,
- kuwetę wycierać ściereczką lub papierem bezpyłowym w celu usunięcia zanieczyszczeń i odcisków palców,
- kuwetę trzymać wyłącznie za część górną, przez którą nie przechodzi wiązka światła.

Barwa

Oznaczenie barwy ZSJ przeprowadza się metodą spektrofotometryczną wg normy:

- IFU Analysis, method No. 80 (2010) – Measurement of the colour of clear and hazy juices (spectrophotometric method).

Procedura pomiaru barwy ZSJ polega na doprowadzeniu ekstraktu soku do 11,2°Bx i pomiarze absorbancji zgodnie z instrukcją spektrofotometru przy

420 nm, w kuwecie o długości fali świetlnej 1 cm, stosując wodę jako próbkę ślepą.

9.4. Metody próbobrania

Próbki ZSJ do analiz należy pobrać w sposób gwarantujący reprezentowanie dostarczanej partii.

Sprzęt i naczynia do pobierania próbek powinny być czyste, suche i wolne od obcych zapachów, oraz odporne na chemiczne działanie ZSJ. Naczynia do opakowania próbek powinny zapewnić możliwość szczelnego zamknięcia próbki.

Próbki pobiera się z każdej cysterny, o ile to możliwe z trzech poziomów – z dołu, ze środka i z góry, lub w regularnych odstępach czasu w trakcie rozładunku, w równych objętościach. Należy pobrać 5 próbek tzw. "pierwotnych" o objętości 200 g i połączyć w jedną próbkę "ogólną" o pojemności 1 000 g. Próbkę umieszcza się w sterylnym pojemniku, zabezpiecza, oznacza i przechowuje w sposób przewidziany procedurami laboratorium.

9.5. Wyposażenie niezbędne do oceny jakości w laboratorium przy magazynie zagęszczonego soku jabłkowego

Laboratorium powinno być wyposażone w następujące urządzenia pomiarowe i sprzęt laboratoryjny:

- refraktometr o podziałce co najmniej 0,01% sacharozy, z możliwością pomiaru temperatury z dokładnością ± 0,5°C, lub z możliwością kompensacji temperatury do wartości 20°C, o dokładności pomiaru dla ZSJ co najmniej ± 0,05°Bx.

- spektrofotometr, umożliwiający pomiar z absorbancji z dokładnością co najmniej ± 0,005 jednostek absorbancji przy 430 nm, wyposażony w kuwety o długości drogi optycznej 10 mm, szklane, krzemowe lub plastikowe.

- mętnościomierz laboratoryjny, który spełnia wymagania normy ISO 7027, o następującej charakterystyce:
  - dioda LED emitująca światło o długości fali 860 ± 30 nm,
  - pomiar w jednostkach NTU,
  - dokładność pomiaru NTU: co najmniej ± 2% odczytu plus 0,01 NTU w zakresie od 0 – 100 NTU,

- pehametr o dokładności nie mniejszej niż 0,01 jednostki pH, w zakresie pH 4 – 9,

- elektroda szklana do oznaczania pH i elektroda odniesienia, np. elektroda kalomelowa, zamiennie: elektroda szklana kombinowana,

- mieszadło magnetyczne,

- waga laboratoryjna o dokładności ważenia co najmniej ± 0,01 g,

- biureta o pojemności 25 ml lub 50 ml z podziałką nie większą niż 0,1 ml,

- titrator do zautomatyzowanego pomiaru kwasowości – opcyjnie,

- szkło laboratoryjne i inne wyposażenie zgodnie z wymaganiami stosowanych norm i procedur badawczych.

Całe wyposażenie laboratorium powinno być objęte nadzorem metrologicznym, obejmującym sprawdzanie wewnętrzne jak również okresowe wzorcowanie przyrządów w Głównym Urzędzie Miar lub innej Krajowej Instytucji Metrologicznej albo Instytucji Desygnowanej, będącej depozytariuszem wzorców państwowych, lub akredytowanym laboratorium wzorcującym, zgodnie z harmonogramem i procedurami obowiązującymi w laboratorium i wytycznych producenta urządzeń pomiarowych.

9.6. Opakowanie

Minimalna wielkość partii ZSJ będącego przedmiotem obrotu na Platformie Żywnościowej wynosi 25 ton. Opakowaniem transportowym rekomendowanym do przewożenia ZSJ będącego w obrocie na *Platformie Żywnościowej* są cysterny o odpowiedniej ładowności.

Cysterny samochodowe powinny być powlekane od wewnątrz wykładziną kwasoodporną. Cysterny powinny być zaopatrzone w potwierdzony certyfikat mycia.

Pakowanie ZSJ musi być przeprowadzane z zachowaniem Dobrej Praktyki Produkcyjnej (GMP). Cysterny muszą być właściwie oznakowane, muszą być

zamknięte i powinny być zaplombowane natychmiast po napełnieniu za pomocą plomb wskazujących próbę manipulacji/otwarcia.

9.7. Znakowanie

Rekomenduje się znakowanie opakowań ZSJ, zarówno transportowych jak i magazynowych zgodnie z Kodeksem znakowania półproduktów SGF (Sure-Global-Fair) „Code of labelling / Raw materials (IRMA/Col)".

Poniżej przedstawiono skrócony opis wymagań odnośnie znakowania zgodnie z IRMA/Cal.

1. Obowiązkowe informacje zawarte na etykiecie:

- ✓ Wyprodukowany przez
- ✓ Produkt
- ✓ Dodatki
- ✓ Kod produktu
- ✓ Ekstrakt refraktometryczny w °Brix
- ✓ Kwasowość
- ✓ Kraj pochodzenia
- ✓ Dane umożliwiające identyfikowalność
- ✓ Warunki przechowywania
- ✓ Pełna data dzień/miesiąc/rok
- ✓ Waga neto lub pojemność netto

Etykieta nie jest ograniczona do pól wymienionych powyżej, dodatkowe pola mogą być tam umieszczone jeśli jest to konieczne, np. „użyć do" lub „waga brutto".

2. Objaśnienia do poszczególnych informacji

- **Wyprodukowane przez:** Dokładna nazwa firmy, która wyprodukowała lub zblendowała produkt.
- **Produkt:** Zagęszczony sok jabłkowy
- **Dodatki:** brak
- **Kod produktu:** każda kombinacja liter i/lub numerów, ustalona przez przetwórcę definiujący produkt.
- **Ekstakt refraktometryczny w °Bx:** ekstrakt ZSJ w stopniach Brix.
- **Kwasowość:** konieczne podanie jest jednostki wraz z informacją, na jaki kwas przeliczono, np.:

– 15,0 g/l w przeliczeniu na bezwodny kwas cytrynowy
– 5,9 g/l w przeliczeniu na kwas jabłkowy, winowy, itp.

- **Kraj pochodzenia:** Nazwa kraju w którym produkt został wyprodukowany.
- **Identyfikowalność:** Dowolna kombinacje liter i/lub cyfr, które umożliwią zidentyfikowanie produktu i partii. Dane identyfikowalności produktu – numer partii i szarży muszą się w pełni zgadzać z dokumentacją dostawy.

- **Warunki przechowywania:** Warunki w jakich towar powinien być przechowywany, aby zapewnić mu optymalną ochronę.
- **Data napełnienia – dzień/miesiąc/rok:** Data, w której dany produkt został umieszczony w opakowaniu (cysterna, zbiornik, beczka). Data powinna być w formacie otwartym – dzień/miesiąc/rok.
- **Masa netto lub pojemność netto:** Pole to powinno zawierać jednostki miary, np. kg, litr, itp.

3. Właściwości etykiety

- Minimalna wielkość 125 x 80 mm (bardzo polecana),
- Maksymalna wielkość A5 148 x 210 mm,
- Wszystkie materiały: tusz, klej, materiał użyty do produkcji etykiet, powinny być odporne na warunki środowiskowe (woda, niska temperatura działanie promieni UV) i trwałe w czasie transportu i przechowywania.

4. Czcionka

- Wszystkie informacje na etykiecie powinny być wydrukowane, litery powinny być takiej wielkości, aby móc je swobodnie przeczytać, nawet przy złym oświetleniu.
- zalecana czcionka powinna być prosta i łatwa do odczytania, np. Arial, druk powinien być ciemny na jasnym tle, dobrej jakości.

5. Etykietowanie

- Etykieta powinna być umieszczona na boku kontenera, a nie na wieku, w miejscu, które jest najmniej narażone na zniszczenie lub zmazanie podczas przenoszenia i magazynowania.
- Wszystkie etykiety powinny silnie przylegać do kontenera i nie odpaść pod wpływem zimna, mrozu i wilgoci.
- Wszystkie informacje, zarówno obowiązkowe jak i dodatkowe, powinny być umieszczone na jednej etykiecie.

- W przypadku powtórnego użycia beczek lub cysterny muszą być z niej usunięte wszelkie stare etykiety.

6. Dokumentacja

Wszystkie informacje wymagane dla identyfikowalności powinny być pogrupowane w jednym miejscu z odpowiednim nagłówkiem „dane dotyczące identyfikowalności". Nazwa produktu na beczce powinna być identyczna jak w dokumencie. Powinno sie używać terminu „Kod produktu" a nie ID produktu czy Ref. produktu.

PRZYKŁAD ETYKIETY ZAGĘSZCZONEGO SOKU JABŁKOWEGO

Wyprodukowany przez: **POLKONC sp. Z o.o.**	
Produkt: **Zagęszczony klarowny sok jabłkowy**	
Dodatki: **brak**	
Kod produktu: **SJ-659874**	
Kwasowość: **3,5 g/l jako kwas jabłkowy**	Brix: **70,1**
Kraj pochodzenia: **POLSKA**	
Identyfikowalność: **Partia 65 B54698 17/3/01**	
Przechowywanie: **w chłodzie 0 – 5^0 C**	
Pełna data: d/m/r **18-Październik-01**	
Waga netto **25 000 kg**	

9.8. Warunki przechowywania

Zagęszczony sok jabłkowy powinien być przechowywany w niskich temperaturach, w zakresie 0 – 7°C. Typowa temperatura magazynów, w których składuje się ZSJ to 4°C.

Do przechowywania ZSJ stosuje się zbiorniki kwasoodporne w kształcie cylindra, zwykle o pojemności 50 – 1000 m^3. Są one wyposażone w otwór włazowy, zawory i płynowskazy. Zbiorniki powinny być wyposażone w system mycia (np. typu CIP). Po umyciu z zastosowaniem powszechnie stosowanych środków myjących zbiorniki są dezynfekowane odpowiednimi środkami dezynfekującymi lub żywą parą. Czystość zbiorników jest sprawdzana zgodnie z wewnętrznymi przepisami obowiązującymi w zakładzie.

W trakcie przechowywania ZSJ prowadzi się okresową kontrolę jakości, zgodnie z planem badań zakładu.

Magazynowanie ZSJ powinno odbywać się w pomieszczeniach spełniających wszystkie wymagania ogólne dotyczące magazynowania, jednak ze szczególnym uwzględnieniem wymagań dotyczących temperatury składowania.

Magazyny przeznaczone do składowania ZSJ powinny być magazynami zamkniętymi, powinny być czyste, suche, bez zapachów, zabezpieczone przed dostępem szkodników i dezynfekowane. Nawierzchnia powinna być cała, równa, utwardzona, umożliwiająca utrzymanie higieny. Magazyny powinny być bez światła naturalnego lub ze słabym oświetleniem naturalnym, przy czym zalecane jest zaciemnienie świetlików. Światło sztuczne powinno być elektryczne, a punkty świetlne tak rozmieszczone, aby dobrze oświetlały drogi przejazdowe i miejsca przygotowania towaru. Drogi przejazdowe powinny być odpowiedniej szerokości i oznakowane widocznymi pasami zapewniającymi bezpieczny transport. Drzwi i bramy powinny mieć wymiary tak dobrane, aby nie utrudniały przemieszczania ładunku. Magazyny powinny być wyposażone w przyrządy do pomiaru temperatury i wilgotności oraz niezbędny sprzęt przeciwpożarowy.

LITERATURA

[1.] Code of labelling / Raw materials (IRMA/Col.) https://www.sgf.org/filead-min/user_upload/Dokumente/CoL/DOC_OP_020_V_01_Code_of_Labelling_EN.pdf
[2.] IFU No. 2, April 1996 Całkowita liczba drobnoustrojów potencjalnie psujących przetwory owocowe – Metoda płytkowa (posiew wgłębny).
[3.] IFU Method of Analysis No 3 (rev. 2017) – Titratable acidity.
[4.] IFU No. 3 II, April 1996 Liczba drożdży osmofilnych – Metoda płytkowa (posiew powierzchniowy).
[5.] IFU No. 4 III, April 1996 Liczba pleśni ciepłoopornych – Metoda płytkowa (posiew wgłębny)
[6.] IFU Analysis No. 5 (Rev. 2005) Determination of volatile acids.
[7.] IFU Method of Analysis No 08 (rev. 2017) – Determination of soluble solids (indirect method by refractometry).
[8.] IFU Method No. 12, September 2004 / revised march 2007 Liczba *Alicyclobacillus* sp. – Metoda filtracji membranowej.
[9.] IFU Method No. 12, September 2004 / revised march 2007 Liczba Ali*cyclobacillus* przypuszczalnie powodujących zepsucie soków – Metoda filtracji membranowej.
[10.] IFU Analysis No. 12 (Rev. 2005) – Detremination of hydroxymethylfurfural (HMF).
[11.] IFU Analysis No 25 (2005) – Organoleptic examination.
[12.] IFU Analysis No. 52 (Rev. 2005) – Determination of alcohol, enzymatic
[13.] Liczba *Alicyclobacillus* przypuszczalnie powodujących zepsucie soków – Metoda filtracji membranowej.
[14.] IFU No 53 (Rev.2005) Determiantion of lactic acid enzymatic.
[15.] IFU Analysis No. 68 (Rev. 2005) Test for pectin.
[16.] IFU Analysis No. 72 (1998) Fumaric acid (HPLC).
[17.] IFU Analysis No. 73 2000 Detection of starch in fruit juices.
[18.] IFU Analysis No. 78 / Sept. 2004 – Determination of galacturonic acid using high performance anion exchange chromatography.
[19.] IFU Analysis, method No. 80 2010 – Measurement of the colour of clear and hazy juices (spectrophotometric metod)
[20.] IFU Recommendation No. 2 (Rev.2005) Recommendation for the determination of patulin.
[21.] IFU Recommendation No. 07 (2003) – Turbidity measurements
[22.] ISO/IEC 17025:2017 Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących.
[23.] Kodeks Praktyki do oceny soków i nektarów owocowych, AIJN, 2018.

[24.] Pawlak J. Przetwórstwo owoców w Polsce. Materiały z konferencji KRiRW „Przetwórstwo owoców i warzyw w Polsce – uwarunkowania i perspektywy". Warszawa, 29.10.2018.
[25.] PN-A-75050:1972 Przetwory owocowe, warzywne, wina i miody pitne. Pobieranie próbek.
[26.] PN-A-75101-04:1972 Przetwory owocowe i warzywne. Przygotowanie próbek i metody badań fizykochemicznych. Oznaczanie kwasowości ogólnej.
[27.] PN-A-75101-05:1990, pkt. 2 – Oznaczanie kwasowości lotnej. Metoda miareczkowa po destylacji.
[28.] PN-A-75101-09:1990, p. 2 – Oznaczanie zawartości alkoholu etylowego. Metoda miareczkowa po destylacji.
[29.] PN-EN ISO 8589:2010 Analiza sensoryczna. Ogólne wytyczne dotyczące projektowania pracowni analizy sensorycznej.
[30.] PN-EN ISO 8586:2014-03 Analiza sensoryczna. Ogólne wytyczne wyboru, szkolenia i monitorowania wybranych oceniających i ekspertów oceny sensorycznej
[31.] PN-EN 12143:2000 Oznaczanie zawartości substancji rozpuszczalnych – Metoda refraktometryczna.
[32.] PN-EN 12147:2000 Oznaczanie kwasowości miareczkowej.
[33.] PN-EN 12631:2002 Enzymatyczne oznaczanie zawartości kwasu D- i L-mlekowego – Metoda spektrometryczna z NAD.
[34.] PN-EN 14084:2004 Artykuły żywnościowe. Oznaczanie pierwiastków śladowych. Oznaczanie zawartości ołowiu, kadmu, cynku, miedzi i żelaza metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej (AAS) po mineralizacji mikrofalowej.
[35.] PN-EN 15662:2018-06 – Żywność pochodzenia roślinnego – Multimetoda do oznaczania pozostałości pestycydów z zastosowaniem analizy opartej na GC i LC po ekstrakcji/podziale acetonitrylem i oczyszczaniu metodą dyspersyjnej SPE – Metoda modułowa QuEChERS.
[36.] PN-EN ISO 7027-1:2016-09 Jakość wody – Oznaczanie mętności – Część 1: Metody ilościowe.
[37.] PN-ISO 6658:1998 Analiza sensoryczna. Metodologia. Wytyczne ogólne.
[38.] PN-ISO 21527-2:2009 Liczba drożdży i pleśni – Metoda płytkowa (posiew powierzchniowy).
[39.] Pokrywka T. Uwarunkowania rynkowe produkcji i przetwórstwa owoców. Materiały z konferencji KRiRW „Przetwórstwo owoców i warzyw w Polsce – uwarunkowania i perspektywy". Warszawa, 29.10.2018.

[40.] Rembowski E., Kwaśniewski R. (1970). WE-94/228. Przetwory owocowe. Sok jabłkowy zagęszczony. Soki i koncentraty w owoców i warzyw, IPF, Warszawa.

AKTY PRAWNE

[41.] Dyrektywa Parlamentu Europejskiego i Rady 2012/12/UE z dnia 19 kwietnia 2012 r. zmieniająca dyrektywę Rady 2001/112/WE odnoszącą się do soków owocowych i niektórych podobnych produktów przeznaczonych do spożycia przez ludzi. Dz. Urz. UE z 27.04.2012 r., L 115/1.
[42.] Rozporządzenie Ministerstwa Rolnictwa i Rozwoju Wsi z dn. 20 września 2003 r. w sprawie szczegółowych wymagań w zakresie jakości handlowej soków i nektarów owocowych (z późniejszymi zmianami). Dz.U. 2003 nr 177, poz. 1735.
[43.] Rozporządzenie (WE) nr 396/2005 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 23 lutego 2005 r. w sprawie najwyższych dopuszczalnych poziomów pozostałości pestycydów w żywności i paszy pochodzenia roślinnego i zwierzęcego oraz na ich powierzchni, zmieniające dyrektywę Rady 91/414/EWG.
[44.] Rozporządzenie (WE) nr 1925/2006 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 20 grudnia 2006 r. w sprawie dodawania do żywności witamin i składników mineralnych oraz niektórych innych substancji. Dz. Urz. UE z 30.12.2006 r., L 404/6.
[45.] Rozporządzenie (WE) nr 1925/2006 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 20 grudnia 2006 r. w sprawie dodawania do żywności witamin i składników mineralnych oraz niektórych innych substancji. Rozporządzenie Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi z dn. 7 marca 2003 r. (z późniejszymi zmianami) w sprawie szczegółowych warunków pobierania próbek artykułów rolo-spożywczych. Dz.U. 2003 nr 59 poz. 526.
[46.] Rozporządzenie Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 1333/2008 z dnia 16 grudnia 2008 r. w sprawie dodatków do żywności. Dz. Urz. UE, 2008 r., L 354/16.
[47.] Rozporządzenie Komisji (WE) nr 1881/2006 z dn. 19 grudnia 2006 r. ustalające najwyższe dopuszczalne poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych (z późniejszymi zmianami). Dz.Urz. UE, 2016, L. 364/5.

IV. ODTŁUSZCZONE MLEKO W PROSZKU

Wstęp

Odtłuszczone mleko w proszku (OMP) jest utrwaloną formą mleka uzyskaną przez odparowanie z niego niemal całej zawartości wody. Według definicji mleko w proszku odtłuszczone to mleko o zawartości wody nie więcej niż 4% i tłuszczu nie więcej niż 1,5%. Usunięcie wody podczas zagęszczania i suszenia powoduje, że uzyskany w ten sposób produkt ma mniejszą masę i objętość w stosunku do surowca, co ułatwia transport i magazynowanie, obniża ich koszt i przedłuża okres trwałości produktu. Produkcja mleka w proszku pozwala na zagospodarowanie nadwyżek w podaży surowca. Odtłuszczone mleko w proszku stanowi ważny produkt polskiego przemysłu mleczarskiego. Umożliwia wykorzystanie wartościowych składników mleka w różnych gałęziach przemysłu spożywczego, a także w bezpośrednim żywieniu. Główne kierunki wykorzystania mleka odtłuszczonego w proszku to jako dodatek w przemyśle mleczarskim, piekarnictwie, cukiernictwie, koncentratach spożywczych, lodach, paszach i przemyśle mięsnym. W związku z tym mleko w proszku powinno spełniać wiele wymagań dotyczących jakości. Cechy jakościowe można kreować w procesie technologicznym poprzez właściwy dobór jego parametrów. Mleko w proszku uzyskane metodą rozpyłową wykazuje stosunkowo niewielkie zmiany, co umożliwia prawie doskonałą regenerację do mleka płynnego, tłuszcz mlekowy jest prawie niezmieniony, białka nie są denaturowane, zachowanych zostaje 40% katalaz, witaminy pozostają w prawie pełnej pierwotnej ilości (80% witaminy C), rozpuszczalność jest od 90 – 100%. Mleko uzyskane metodą rozpyłową ma barwę jasno-żółtą i przyjemny zapach, a pod mikroskopem ma postać owalnych kulek lub ich fragmentów o średnicy 10 – 100 μm. OMP jest produkowane jest w Polsce przez kilkanaście zakładów przemysłowych różnej wielkości. Mimo rozproszonej produkcji uregulowanie metod produkcji i parametrów jakości powoduje, że jest to towar o stosunkowo jednolitej jakości. OMP zostało wytypowane przez specjalistów z IERiGŻ-PIB jako towar najbardziej perspektywiczny w branży przetwórstwa mleczarskiego do handlu na tworzonej *Platformie Żywnościowej*.

W Polsce do analizy wyróżników jakości mleka w proszku stosowane są normy i procedury opracowane przez:

- PKN – Polski Komitet Normalizacyjny (PN, PN-ISO, PN-EN ISO);
- ADPI – American Dairy Product Institute (Amerykański Instytut Wyrobów Mleczarskich) (np. ADPI 916:2009);
- IDF – International Dairy Federation – Międzynarodową Federację Mleczarską

- AOAC – Association of Official Analytical Chemists – Stowarzyszenie Naukowe na Rzecz Doskonałości Analitycznej
- PZH – Polski Zakład Higieny (wydawnictwa metodyczne)
- własne procedury badawcze opracowane np. na podstawie instrukcji obsługi aparatury pomiarowej (np. dla analizatora NIRS DS2500 firmy FOSS).

Analiza jakości produktu jest przeprowadzana w laboratoriach stosujących procedury wewnętrznej kontroli jakości. Producenci OMP wydają specyfikacje jakościowe produktów często wraz z odniesieniem do norm i procedur zastosowanych metod analitycznych.

1. Kryteria kwalifikowalności dla odtłuszczonego mleka w proszku

Szczegółowe wymagania jakościowe, jakie powinno spełniać mleko odtłuszczone w proszku będące przedmiotem obrotu na platformie sprzedażowej, zawarte są w uregulowaniach prawnych unijnych i krajowych oraz szczegółowych specyfikacjach dostarczanych przez odbiorców. Kryteria kwalifikowalności dla odtłuszczonego mleka w proszku zawarte są w Rozporządzeniu Delegowanym Komisji (UE) 2016/1238:

Tabela IV.1 Kryteria kwalifikowalności dla odtłuszczonego mleka w proszku i metody ich oznaczania

Parametry	Kryterium jakościowe
Zawartość białka	Minimum 34,0% suchej masy beztłuszczowej
Zawartość tłuszczu	Maksymalnie 1,0%
Zawartość wody	Maksymalnie 3,5%
Kwasowość miareczkowa w ml decynormalnego roztworu wodorotlenku sodu	Maksymalnie 19,5 ml
Zawartość mleczanów	Maksymalnie 150 mg/100 g
Test na fosfatazę	Ujemny, tj. aktywność fosfatazy nie większa niż 350 mU na litr mleka rekonstytuowanego
Wskaźnik rozpuszczalności	Maksymalnie 0,5 ml (24°C)
Wskaźnik cząstek przypalonych	Maksymalnie 15,0 mg tj. co najmniej dysk B
Zawartość drobnoustrojów	Maksymalnie 40 000/g
Wykrywanie bakterii z grupy coli	Wynik ujemny w 0,1 g
Wykrywanie maślanki	Wynik ujemny
Wykrywanie serwatki podpuszczkowej	Brak
Wykrywanie serwatki kwaśnej	Brak
Smak i zapach	Czyste
Wygląd	Białe lub lekko żółtawe, bez zanieczyszczeń i cząstek kolorowych
Substancje	Wynik ujemny

przeciwdrobnoustrojowe

Odtłuszczone mleko w proszku ze względu na niewielką zawartość wody i tłuszczu ma stosunkowo długą trwałość. Głównymi parametrami które wpływają na przechowywanie mają temperatura i wilgotność względna w miejscu składowania. Zaleca się aby minimalny okres przydatności do spożycia wynosił 18 miesięcy.

Dokumenty związane:
Rozporządzenie Delegowane Komisji (UE) 2016/1238 z dnia 18 maja 2016 r. uzupełniające Rozporządzenie Parlamentu Europejskiego i Rady (UE) nr 1308/2013 w odniesieniu do interwencji publicznej i dopłat do prywatnego przechowywania – załącznik V.

Rozporządzenie Wykonawcze Komisji (UE) 2016/1240 z dnia 18 maja 2016 r. ustalające zasady stosowania Rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (UE) nr 1308/2013 w odniesieniu do interwencji publicznej i dopłat do prywatnego przechowywania.

2. Minimalne wymagania jakościowe

Minimalne kryteria kwalifikowalności dla odtłuszczonego mleka w proszku będącego przedmiotem obrotu na *Platformie Żywnościowej* zostały rekomendowane przez specjalistów z IERiGŻ-PIB (Raport 2) i przedstawione poniżej w tabeli IV.2. Cechy te powinny być każdorazowo badane w laboratorium towaru autoryzowanego magazynu i wszystkie dostarczane do magazynu partie OMP powinny spełniać **minimalne wymagania**.

Tabela IV.2 Minimalne kryteria jakościowe kwalifikowalności dla OMP

Parametry	Kryterium jakościowe
Barwa	Jednolita, biały do kremowego
Konsystencja	Kruchy proszek, jednolity
Smak i zapach	Typowy dla mleka pasteryzowanego, bez obcych smaków i zapachów
Zawartość tłuszczu	Nie więcej niż 1,25%
Zawartość wody	Nie więcej niż 4%
Zawartość białka	Co najmniej 34%

W przypadku podjęcia decyzji o uruchomieniu sprzedaży odtłuszczonego mleka w proszku na *Platformie Żywnościowej* na forum międzynarodowym zalecane zostało przez specjalistów z IERiGŻ-PIB aby towar spełniał kryteria jakościowe giełdy nowozelandzkiej, które zostały przedstawione w tabeli poniżej IV.3.

Tabela IV.3 Kryteria jakościowe kwalifikowalności dla OMP na *Platformie Żywnościowej* (wg giełdy nowozelandzkiej)

Parametry	Kryterium jakościowe
Woda	Nie więcej niż 4%
Tłuszcz	Nie więcej niż 1,25%
Białko	Co najmniej 32,4%
Kwasowość	Nie więcej niż 0,15 ^{0}SH
Indeks białka serwatkowego	Co najmniej 4,5 mg/g
Ogólna liczba drobnoustrojów	Maksymalnie 10 000/ g
Escherichia coli	Niewykrywalna
Drożdże i pleśnie (jtk/g)	Maksymalnie 50/ g
Gronkowce	Niewykrywalne
Salmonella	Nieobecna
Kolor	Typowy
Ciała obce	Niewykrywalne
Zapach	Typowy

3. Metody badania jakości

Metody oznaczania jakości OMP są w większości znormalizowane i zostały opisane w normach międzynarodowych ISO wydawanych przez Międzynarodową Organizację Normalizacyjną ISO oraz normach regionalnych EN wydawanych przez Europejski Komitet Normalizacyjny CEN i są stosowane na terenie krajów członkowskich Unii Europejskiej. CEN i ISO na mocy podpisanej umowy (tzw. „Vienna Agreement"), ściśle ze sobą współpracują i wiele nowych norm opracowywanych jest wspólnie, a nowelizacja norm już istniejących przebiega w tym samym czasie.

Tabela IV.4 Spis rekomendowanych metod badania kryteriów minimalnych dla OMP

Parametry	Kryterium jakościowe	Rekomendowana metoda oznaczania
Zawartość białka	Co najmniej 34%	PN-EN ISO 8968-1:2014
Zawartość tłuszczu	Nie więcej niż 1,25%	PN-EN ISO 1736:2010
Zawartość wody	Nie więcej niż 4%	Rozporządzenie MRiRW nr 1723/2004 z dnia 8 lipca 2004 r. PN-A-86030:1978
Barwa	Jednolita, biały do kremowego	PN-ISO 22935-2:2013 PN-ISO 22935-3:2013
Konsystencja	Kruchy proszek, jednolita	
Smak i zapach	Typowy dla mleka pasteryzowanego, bez obcych smaków i zapachów	

Dokumenty związane:

- PN-EN ISO 8968-1:2014 Mleko i przetwory mleczne. Oznaczanie zawartości azotu. Część 1: Zasada Kjeldahla i obliczanie białka surowego.

- PN-EN ISO 1736:2010 Mleko w proszku i przetwory mleczne w proszku. Oznaczanie zawartości tłuszczu. Metoda grawimetryczna (Metoda odniesienia)
- PN-A-86030:1978 Mleko i przetwory mleczarskie. Mleko w proszku. Metody badań
- Rozporządzenie Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi nr 1723 z dnia 8 lipca 2004 r. w sprawie szczegółowych wymagań w zakresie jakości handlowej oraz metod analiz niektórych rodzajów mleka zagęszczonego i mleka w proszku, przeznaczonego do spożycia przez ludzi.
- PN-ISO 22935-2:2013 Mleko i przetwory mleczne. Analiza sensoryczna. Część 2: Zalecane metody oceny sensorycznej.
- PN-ISO 22935-3:2013 Mleko i przetwory mleczne. Analiza sensoryczna. Część 3: Wytyczne do oceny zgodności właściwości cech sensorycznych ze specyfikacjami produktu z zastosowaniem metody punktowej.

Tabela IV.5 Spis rekomendowanych metod oznaczeń dla sprawdzenia kryteriów jakościowych kwalifikowalności OMP do obrotu na *Platformie Żywnościowej* zgodnych z giełdą nowozelandzką

Parametry	Kryterium jakościowe	Rekomendowana metoda oznaczania
Woda	Nie więcej niż 4%	PN-A-86030:1978 / Rozporządzenie MRiRW nr 1723/2004 z dnia 8 lipca 2004 r.
Tłuszcz	Nie więcej niż 1,25%	PN-EN ISO 1736:2010
Białko	Co najmniej 32,4%	PN-EN ISO 8968-1:2014
Kwasowość	Nie więcej niż 0,15 ^{0}SH	PN-ISO 6092:2017
Indeks białka serwatkowego	Co najmniej 4,5 mg/g	PN-A-86024:1992
Ogólna liczba drobnoustrojów	Maksymalnie 10 000/ g	PN-EN ISO 4833-1:2013
Escherichia coli	niewykrywalna	PN-EN ISO 4832:2007
Drożdże i pleśnie (jtk/g)	Maksymalnie 50/g	PN-EN ISO 21527-2:2009
Gronkowce	niewykrywalne	PN-EN ISO 6888-1:2001
Salmonella	nieobecna	PN-EN ISO 6579:2003/A1:2007
Barwa	typowa	PN-ISO 22935-2:2013
Ciała obce	niewykrywalne	metoda filtracyjna wg PN-A-86030:1978 pkt.
Zapach	typowy	PN-ISO 22935-2:2013

Dokumenty związane:

- PN-A-86030:1978 Mleko i przetwory mleczarskie. Mleko w proszku. Metody badań.
- PN-EN ISO 8968-1:2014 Mleko i przetwory mleczne. Oznaczanie zawartości azotu. Część 1: Zasada Kjeldahla i obliczanie białka surowego.
- PN-EN ISO 1736:2010 Mleko w proszku i przetwory mleczne w proszku. Oznaczanie zawartości tłuszczu. Metoda grawimetryczna (Metoda odniesienia).
- PN-ISO 6092:2017 Mleko w proszku. Oznaczanie kwasowości miareczkowej (Metoda rutynowa).
- PN-A-86024:1992 Mleko i przetwory mleczarskie -- Mleko w proszku. Załącznik.
- PN-EN ISO 4833-1:2013 Mikrobiologia łańcucha żywnościowego. Horyzontalna metoda oznaczania liczby drobnoustrojów. Część 1: Oznaczanie liczby metodą posiewu zalewowego w temperaturze 30 stopni C.

- PN-ISO 4832:2007 Mikrobiologia żywności i pasz. Horyzontalna metoda oznaczania liczby bakterii z grupy coli. Metoda płytkowa.
- PN EN ISO 21527-2:2009 Mikrobiologia żywności i pasz. Horyzontalna metoda oznaczania liczby drożdży i pleśni. Część 2: Metoda liczenia kolonii w produktach o aktywności wody niższej lub równej 0,95.
- PN-EN ISO 6888-3:2004 Mikrobiologia żywności i pasz. Horyzontalna metoda oznaczania liczby gronkowców koagulazo-dodatnich (*Staphylococcus areus* i innych gatunków). Część 3: Wykrywanie obecności i oznaczanie małych liczb metodą NPL.
- PN-EN ISO 6579:2003; PN-EN ISO 6579:2003/A1:2007 Mikrobiologia łańcucha żywnościowego. Horyzontalna metoda wykrywania, oznaczania liczby i serotypowania Salmonella. Część 1: Wykrywanie *Salmonella spp*.
- PN-EN ISO 8261:2002 Mleko i przetwory mleczne. Ogólne zasady przygotowywania próbek, zawiesiny wyjściowej i dziesięciokrotnych rozcieńczeń do badań mikrobiologicznych
- PN-ISO 22935-2:2013 Mleko i przetwory mleczne. Analiza sensoryczna. Część 2: Zalecane metody oceny sensorycznej.
- PN-ISO 22935-3:2013 Mleko i przetwory mleczne. Analiza sensoryczna. Część 3: Wytyczne do oceny zgodności właściwości cech sensorycznych ze specyfikacjami produktu z zastosowaniem metody punktowej.
- Rozporządzenie Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi nr 1723 z dnia 8 lipca 2004 r. w sprawie szczegółowych wymagań w zakresie jakości handlowej oraz metod analiz niektórych rodzajów mleka zagęszczonego i mleka w proszku, przeznaczonego do spożycia przez ludzi.

Opis rekomendowanych metod oznaczania jakości OMP pod kątem spełnienia kryteriów przyjętych dla obrotu na *Platformie Żywnościowej* minimalnych i wg giełdy nowozelandzkiej

Zawartość białka

Oznaczanie zawartości białka ogółem metodą Kjeldahla – rekomendowana do stosowania według PN-EN ISO 8968-1:2014

Jest to uznana, tradycyjna metoda przyjęta za metodę odniesienia, która ma zastosowanie do odtłuszczonego mleka w proszku. Metoda jest powszechnie stosowana w specyfikacji produkowanego w Polsce odtłuszczonego mleka w proszku. Wymaga zastosowania podstawowych urządzeń dostępnych w laboratorium oraz aparatu do mineralizacji i aparatu do destylacji. Dostępne jest także urządzenie do miareczkowania, które może być zastąpione biuretą. Wykonanie oznaczenia jest łatwe w wykonaniu, a dedykowane urządzenia do mineralizacji i destylacji zapewniają powtarzalność i dokładność pomiaru.

Zasada oznaczania: Próbkę analityczną odtłuszczonego mleko w proszku odważyć na wadze analitycznej i mineralizować mieszaniną kwasu siarkowego i siarczanu potasu. Za pomocą siarczanu miedzi jako katalizatora obecny azot organiczny jest przekształcany w siarczan amonu. Funkcją siarczanu potasu jest podwyższanie temperatury wrzenia kwasu siarkowego i zapewnienie silniejszych właściwości utleniających mieszaniny do mineralizacji. Próbkę należy mineralizować w aparacie do mineralizacji, aż mineralizat stanie się klarowny, następnie należy utrzymywać go we wrzeniu od 1 do 1,5 h. Do schłodzonego mineralizatu dodać nadmiar roztworu wodorotlenku sodu w celu uwolnienia amoniaku. Wydzielony amoniak w zamkniętym układzie jest destylowany z użyciem pary wodnej do nadmiaru kwasu borowego. Destylację prowadzić, aż kolba stożkowa zgromadzi 150 ml destylatu. Zawartość kolby stożkowej miareczkować mianowanym kwasem chlorowodorowym do osiągnięcia pierwszej zmiany barwy w kierunku koloru różowego. Wynik miareczkowania odczytać z dokładnością 0,05 ml. Miareczkowanie można prowadzić również z użyciem automatu wyposażonego w pehametr, do wartości pH 4,6, który odpowiada punktowi przegięcia miareczkowania. Ogólnie przyjęty współczynnik do przeliczania azotu na zawartość białka ogółem to 6,38.

Dokumenty związane:

- PN-EN ISO 8968-1:2014 Mleko i przetwory mleczne. Oznaczanie zawartości azotu. Część 1: Zasada Kjeldahla i obliczanie białka surowego.

Zawartość tłuszczu

Oznaczanie zawartości tłuszczu metodą Roese-Gottlieba (metoda odniesienia) – metoda rekomendowana do stosowania według PN-EN ISO 1736:2010

Jest to uznana metoda przyjęta jako metoda odniesienia, która ma zastosowanie do odtłuszczonego mleka w proszku. Metoda jest powszechnie stosowana w specyfikacji produkowanego w Polsce odtłuszczonego mleka w proszku. Wymaga zastosowania podstawowych urządzeń dostępnych w laboratorium. Przygotowanie próbki jest łatwe w wykonaniu, a procedura polega na ekstrakcji tłuszczu z próbki i jego zważeniu po wysuszeniu.

Zasada oznaczania: Oznaczenie polega na kilkuetapowej ekstrakcji tłuszczu mieszaninami rozpuszczalników w kolbie Majonniera i wagowym określeniu masy otrzymanego tłuszczu po odparowaniu rozpuszczalników z fazy hydrofobowej zebranej w naczyniu do zbierania tłuszczu. Próbkę analityczną odtłuszczonego mleka w proszku należy odważyć na wadze analitycznej do kolby ekstrakcyjnej Majonniera i zdyspergować ciepłą wodą. Następnie do kolby dodać roztwór amoniaku, wymieszać i przeprowadzić hydrolizę przez ogrzewanie w łaźni wodnej. Do schłodzonej kolby dodać etanol, a następnie eter dietylowy. Kolbę zamknąć i wstrząsać, po czym dodać eter naftowy. Kolbę zamknąć i ponownie wytrząsać. Zdekantować rozdzieloną fazę eterowo-tłuszczową do wcześniej zważonego naczynia do zbierania tłuszczu. Przeprowadzić drugą i trzecią ekstrakcję. Stosując destylację lub odparowywanie usunąć rozpuszczalniki z naczynia do zbierania tłuszczu. Naczynie do zbierania tłuszczu suszyć w temperaturze 102°C i sprawdzić czy zebrany tłuszcz jest klarowny. Naczynie do zbierania tłuszczu schłodzić i zważyć. Jeśli to konieczne powtarzać suszenie i ważenie do momentu, gdy ubytek masy między kolejnymi ważeniami nie będzie przekraczał 1,0 mg. Przed wykonaniem oznaczania należy wykonać próby ślepe.

Dokumenty związane:

- PN-EN ISO 1736:2010 Mleko w proszku i przetwory mleczne w proszku. Oznaczanie zawartości tłuszczu. Metoda grawimetryczna (Metoda odniesienia).

Zawartość wody

Oznaczanie zawartości wody – metoda rekomendowana do stosowania według Rozporządzenia MRiRW nr 1723 z dnia 8 lipca 2004 r. oraz PN-A-86030:1978

Jest to metoda łatwa do zastosowania, używana powszechnie w specyfikacji produkowanego w Polsce odtłuszczonego mleka w proszku. Wymaga za-

stosowania podstawowych urządzeń dostępnych w laboratorium. Przygotowanie próbki jest łatwe w wykonaniu, a procedura wymaga jedynie wagi analitycznej, suszarki z wymuszonym obiegiem, eksykatora i naczyniek wagowych.

Zasada oznaczania: Należy do wysuszonego w temperaturze 102°C i schłodzonego w eksykatorze naczynka wagowego, odważyć odtłuszczone mleko w proszku. Naczynko z próbką wstawić do suszarki i suszyć temperaturze 102°C. Następnie naczynko ostudzić w eksykatorze do temperatury pokojowej i zważyć. Suszenie powtórzyć przez kolejną 1 h, naczynko ponownie ostudzić i zważyć. Jeżeli pomiędzy ważeniami różnica wynosi nie więcej niż 0,0005 grama, suszenie należy uważać za zakończone, w przeciwnym przypadku wykonać kolejne suszenie trwające 1h. W przypadku gdy zostanie zaobserwowany wzrost masy naczynka wagowego z zawartością, do obliczeń przyjąć ostatnią najniższą masę. Ustalić zawartość wody na podstawie ubytku masy próbki analitycznej w % masowym.

Dokumenty związane:

- Rozporządzenie Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi nr 1723 z dnia 8 lipca 2004 r. w sprawie szczegółowych wymagań w zakresie jakości handlowej oraz metod analiz niektórych rodzajów mleka zagęszczonego i mleka w proszku, przeznaczonego do spożycia przez ludzi.
- PN-A-86030:1978 Mleko i przetwory mleczarskie. Mleko w proszku. Metody badań, p. 3.2.

Kwasowość miareczkowa w ml decynormalnego roztworu wodorotlenku sodu

Oznaczanie kwasowości miareczkowej (metoda rutynowa) – metoda rekomendowana do stosowania, według PN-ISO 6092:2017

Uznana metoda opisana w normie PN-ISO 6092:2017, która ma zastosowanie dla wszystkich typów mleka w proszku. Nie wymaga pehametru. Metoda ta nie odbiega od zalecanej często w specyfikacji produkowanego w Polsce odtłuszczonego mleka w proszku, metody zawartej w normie PN-A-86030:1978. Przygotowanie próbki jest łatwe w wykonaniu, a procedura polega na miareczkowaniu próbki odtworzonego mleka mianowanym roztworem wodorotlenkiem sodu w obecności fenoloftaleiny i nie wymaga specjalnych urządzeń, za wyjątkiem wagi analitycznej i biurety.

Zasada oznaczania: Kwasowość miareczkowa mleka w proszku to ilość ml 0,1 mol/l wodorotlenku sodu wymagana do zobojętnienia w obecności fenoloftaleiny, ilości odtworzonego mleka odpowiadającej 10 g suchej masy beztłuszczowej, aż do pojawienia się różowej barwy. Próbkę analityczną należy odważyć

do kolb stożkowych i przygotować mleko odtworzone dodając wodę. Po odstaniu do kolby dodać roztwór fenoloftaleiny. Zawartość kolby miareczkować mianowanym roztworem wodorotlenkiem sodu. Za koniec miareczkowania uznać zmianę barwy na różową, w odniesieniu do wzorca barwy zawierającego siarczan kobaltu. Zaleca się ukończyć miareczkowanie w czasie krótszym niż 45 s. Różnica między wynikami dwóch oznaczeń wykonanych jednocześnie lub bezpośrednio jedno po drugim, przez tego samego analityka, nie powinna przekraczać 0,4 ml 0,1 mol/l roztworu wodorotlenku sodu na 10 g suchej masy beztłuszczowej.

Dokumenty związane:

- PN-ISO 6092:2017 Mleko w proszku. Oznaczanie kwasowości miareczkowej (Metoda rutynowa)

Indeks niezdenaturowanych białek serwatkowych – metoda rekomendowana

Oznaczanie azotu niezdenaturowanych białek serwatkowych w mleku w proszku według PN-A-86024:1992

Metoda ma zastosowanie do odtłuszczonego mleka w proszku. Azot oznaczamy metodą Kiejdahla. Metodyka przygotowania próbki analitycznej nie jest skomplikowana, a oznaczenie azotu standardowo używaną techniką Kiejdahla nie wprowadza dodatkowych technik analitycznych.

Zasada oznaczania: Należy przygotować mleko regenerowane, przez odważenie mleka w proszku, które należy przenieść ilościowo do kolby pomiarowej i rozpuścić w wodzie.

Aby oznaczyć zawartość azotu niezdenaturowanych białek serwatkowych łącznie z azotem niebiałkowym, do kolby pomiarowej odmierzyć mleko regenerowane, dodać wodę o temperaturze około 50°C i roztwór kwasu octowego. Całość wymieszać i odstawić. Następnie dodać roztwór octanu sodu i wymieszać. Zawartość kolby ochłodzić do temperatury pokojowej i uzupełnić woda do kreski. Całość wymieszać i odstawić na kilka minut. Kiedy roztwór nad osadem stanie się klarowny, przesączyć przez bibułę. Do kolby Kiejdahla odmierzyć klarowny przesącz i postępować jak przy oznaczaniu azotu metodą Kiejdahla wg PN-EN ISO 8968-1:2014.

Aby oznaczyć zawartość azotu niebiałkowego, do kolby pomiarowej odmierzyć mleko regenerowane, dodać wodę i uzupełnić kolbę do kreski 24% roztworem kwasu trójchlorooctowego. Całość wymieszać i odstawić na kilka minut. Kiedy roztwór nad osadem stanie się klarowny, przesączyć przez bibułę. Do

kolby Kiejdahla odmierzyć klarowny przesącz i postępować jak przy oznaczaniu azotu metodą Kiejdahla wg PN-EN ISO 8968-1:2014.

Obliczyć z różnicy tych dwóch oznaczeń zawartość azotu niezdenaturowanych białek serwatkowych w mg na gram.

Dokumenty związane:

- PN-A-86024:1992 Mleko i przetwory mleczarskie. Mleko w proszku. Załącznik do PN-A-86024:1992.
- PN-EN ISO 8968-1:2014 Mleko i przetwory mleczne. Oznaczanie zawartości azotu. Część 1: Zasada Kjeldahla i obliczanie białka surowego.

Badania mikrobiologiczne – rekomendowane do stosowania

Matryca do której wybrano metody badań – odtłuszczone mleko w proszku – wymaga użycia do przygotowania próbek do badań mikrobiologicznych (zawiesiny wyjściowej i dziesięciokrotnych rozcieńczeń) procedury wg normy PN-EN ISO 8261:2002. Wymieniona procedura zapewnia właściwe przygotowanie tej konkretnej matrycy do badań mikrobiologicznych zaproponowanymi metodami „horyzontalnymi". Zaproponowane metody są uznawane na forum międzynarodowym jako referencyjne/odniesienia.

1. Zawartość liczby drobnoustrojów – metoda rekomendowana do stosowania

Horyzontalna metoda oznaczania liczby drobnoustrojów według PN-EN ISO 4833-1:2013

Zaproponowana metoda opisana w PN-EN ISO 4833-1:2013, umożliwia oznaczenie zarówno tlenowych jak i beztlenowych drobnoustrojów.

Zasada oznaczania: Należy przygotować próbkę zgodnie z właściwą dla odtłuszczonego mleka w proszku normą, wg PN-EN ISO 8261:2002.
Posiew i inkubacja: Wykonać posiew na dwie płytki, metodą zalewową, stosując określoną stałą pożywkę oraz określoną ilość badanej próbki (produktu płynnego) lub zawiesiny wyjściowej. Jałową pipetą przenieść do każdej płytki Petriego po 1 ml próbki w przypadku badania produktu płynnego lub po 1 ml zawiesiny wyjściowej próbki (rozcieńczenie 10^{-1}). Powtarzać czynność, używając kolejnej jałowej pipety do dalszych dziesięciokrotnych rozcieńczeń. Do posiewu do jałowych płytek Petriego wybrać odpowiednie rozcieńczenia (co najmniej dwa dziesięciokrotne, kolejne rozcieńczenia), które pozwalają na uzyskanie między 15 a 300 kolonii na płytce. Następnie do każdej płytki wlać ciepłą pożywkę. Dokładnie wymieszać posiany materiał z pożywką i pozostawić do zestalenia, umieszczając płytki na zimnej powierzchni. Po całkowitym zestaleniu pożywki,

w przypadku gdy przewiduje się, że badany produkt zawiera drobnoustroje tworzące na powierzchni pożywki rozlane kolonie, należy zalać posianą pożywkę roztworem wodnym agaru i pozostawić do zestalenia. Odwrócić posiane płytki i inkubować w cieplarce w temperaturze 30°C przez 72 h.
Liczenie kolonii: Po inkubacji, używając przyrządu do liczenia kolonii, policzyć kolonie na wybranych płytkach. Ważne jest, aby punktowe kolonie, były uwzględnione w obliczeniach i unikanie mylenia cząsteczek materiału z tymi koloniami. Rozlane kolonie należy traktować jako pojedyncze kolonie. Jeżeli mniej niż ¼ płytki jest przerośnięta rozlanymi koloniami, policzyć kolonie na pozostałych częściach płytki podać liczbę w odniesieniu do całej płytki. Jeżeli więcej niż ¼ płytki jest przerośnięta rozlanymi koloniami, nie brać uwagę wyniku uzyskanego dla całej płytki.

Dokumenty związane

- PN-EN ISO 8261:2002 Mleko i przetwory mleczne. Ogólne zasady przygotowywania próbek, zawiesiny wyjściowej i dziesięciokrotnych rozcieńczeń do badań mikrobiologicznych.
- PN-EN ISO 4833-1:2013 Mikrobiologia łańcucha żywnościowego. Horyzontalna metoda oznaczania liczby drobnoustrojów. Część 1: Oznaczanie liczby metodą posiewu zalewowego w temperaturze 30 stopni C.

2. Wykrywanie bakterii z grupy coli – metoda rekomendowana do stosowania Horyzontalna metoda oznaczania liczby bakterii z grupy Coli według PN-EN ISO 4832:2007

Zasada oznaczania: Należy przygotować próbkę zgodnie z właściwą dla odtłuszczonego mleka w proszku normą, wg PN-EN ISO 8261:2002.
Posiew i inkubacja: Wykonać przygotowanie metodą zalewową dwóch płytek Petriego ze stałą pożywką selektywną z określoną ilością badanej próbki, jeśli produkt jest płynny, lub określoną ilością zawiesiny wyjściowej w przypadku innych produktów. Jałowa pipetą przenieść na środek każdej płytki Petriego po 1 ml produktu płynnego lub odpowiednich rozcieńczeń. Do posiewu każdego rozcieńczenia stosować inną jałową pipetę. Do każdej płytki wlać ciepłą pożywkę VRBL. Dokładnie wymieszać przygotowaną próbkę z pożywką i pozostawić do zestalenia, umieszczając płytki Petriego na zimnej poziomej powierzchni. Przygotować także płytkę kontrolną z pożywką w celu sprawdzenia jej jałowości. Po całkowitym zestaleniu pożywki zalewać jej powierzchnię około 4 ml ciepłej pożywki VRBL. Pozostawić do zestalenia. Posiane płytki odwrócić i inkubować w cieplarce w temperaturze 30°C lub 37°C przez 24 h. Przygotować w takich samych warunkach metodą zalewową następne pary płytek do posiewu w dalszych dziesięciokrotnych rozcieńczeniach badanej próbki lub zawiesiny wyjściowej.

Liczenie kolonii: Po inkubacji należy wybrać płytki Petriego zawierające 10 lub więcej kolonii i mniej niż 150 kolonii. Policzyć kolonie używając urządzenia do ich liczenia – purpurowo czerwone kolonie o średnicy co najmniej 0,5 mm (czasem otoczone czerwoną strefą wytrąconej żółci). Uznaje się, że są to typowe kolonie bakterii z grupy coli nie wymagające dalszego potwierdzenia. Policzyć również i potwierdzić nietypowe kolonie (np. o mniejszej średnicy), a w przypadku badania produktów mlecznych zawierających cukry inne niż laktoza policzyć wszystkie kolonie, natychmiast po inkubacji. Zamiana laktozy na inne cukry może powodować, że wygląd kolonii może być zbliżony do typowych kolonii z grupy coli. Wystąpienie czerwonej strefy wytraconej żółci wokół kolonii zależy od typu bakterii z grupy coli i jakości pożywki.
Potwierdzenie: Jeśli stwierdza się obecność nietypowych kolonii, pobrać pięć kolonii każdego typu i posiać do probówek z bulionem z zielenią brylantową, laktozą i żółcią. Inkubować probówki w cieplarce o temperaturze 30°C lub temperaturze 37°C przez 24 h. Za bakterie z grupy coli uznaje się te kolonie, które tworzą gaz w probówkach Durhama.

Dokumenty związane:

- PN-EN ISO 8261:2002 Mleko i przetwory mleczne. Ogólne zasady przygotowywania próbek, zawiesiny wyjściowej i dziesięciokrotnych rozcieńczeń do badań mikrobiologicznych.
- PN-ISO 4832:2007 Mikrobiologia żywności i pasz. Horyzontalna metoda oznaczania liczby bakterii z grupy coli. Metoda płytkowa.

3. Oznaczanie liczby drożdży i pleśni – metoda rekomendowana do stosowania

Horyzontalna metoda oznaczania liczby drożdży i pleśni według PN-EN ISO 21527-2:2009

Zaproponowana metoda przedstawiona w PN-EN ISO 21527-2:2009 jest przystosowana do produktów o niskiej aktywności wody i jest odpowiednia do takiego produktu jak odtłuszczone mleko w proszku.

Zasada metody: Drożdże osmofilne, pleśnie kserofilne to grzyby, które są zdolne do wzrostu przy aktywności wody niższej lub równej 0,95. Metoda polega na przygotowaniu płytek z posiewem powierzchniowym z użyciem odpowiedniej selektywnej pożywki agarowej. Przygotować próbkę zgodnie z właściwą dla odtłuszczonego mleka w proszku wg PN-EN ISO 8261:2002.
Posiew i inkubacja: W zależności od przewidywanej liczby kolonii stosuje się do posiewu określoną objętość próbki lub zawiesiny wyjściowej albo dziesięciokrotne rozcieńczenia próbki/zawiesiny. Przenieść jałową pipetą na powierzchnię płytki zawierającej pożywkę agarową DG18 próbkę lub zawiesinę wyjścio-

wą. Na kolejną płytkę z pożywką DG18 przenieść używając jałowej pipety, kolejne dziesięciokrotne rozcieńczenia. Rozprowadzić równomiernie próbkę po powierzchni pożywki agarowej. Posiane płytki inkubować w warunkach tlenowych, ustawione płasko, wieczkiem do góry w cieplarce w temperaturze 25°C przez 5 dni do 7 dni. Jeżeli przewidziane jest obecność Xeromyces bisprus, inkubować płytki przez 10 dni.
Liczenie i wybór kolonii do potwierdzenia: Po odpowiednim okresie inkubacji wybrać płytki zawierające mniej niż 150 kolonii i policzyć je. Wszelkie czynności z płytkami Petriego należy wykonać z dużą ostrożności ponieważ zarodniki pleśni rozsiewają się w powietrzu z dużą łatwością. Wykonać badanie z użyciem lupy, binokularu lub mikroskopu w celu odróżnienia wyrosłych komórek drożdży lub pleśni bądź bakterii. Jeżeli jest to wymagane, policzyć oddzielnie kolonie drożdży oraz kolonie pleśni. W celu identyfikacji drożdży i pleśni wybrać powierzchnie wzrostu grzybów i pobrać z nich materiał do badania mikroskopowego lub do posiewu na odpowiednie pożywki do izolacji lub identyfikacji.

Dokumenty związane:

- PN-EN ISO 8261:2002 Mleko i przetwory mleczne. Ogólne zasady przygotowywania próbek, zawiesiny wyjściowej i dziesięciokrotnych rozcieńczeń do badań mikrobiologicznych.
- PN-EN ISO 21527-2:2009 Mikrobiologia żywności i pasz. Horyzontalna metoda oznaczania liczby drożdży i pleśni Część 2: Metoda liczenia kolonii w produktach o aktywności wody niższej lub równej 0,95.

4. Oznaczanie liczby gronkowców koagulazo-dodatnich (*Staphylococcus areus*) – metoda rekomendowana do stosowania – Horyzontalna metoda oznaczania liczby gronkowców koagulazo-dodatnich według PN-EN ISO 6888-3:2004

Zaproponowana metoda horyzontalna opisana w PN-EN ISO 6888-3:2004 odnosi się do wykrywania obecności *Staphylococcus areus* i innych gatunków – małych liczb – co spełnia kryteria wymagań odnoszących się do odtłuszczonego mleka w proszku.

Zasada metody: Gronkowce koagulazo-dodatnie to bakterie tworzące typowe i/lub nietypowe kolonie na powierzchni selektywnej pożywki i wykazujące dodatnią reakcję wytwarzania koagulazy lub określoną reakcję z plazmą króliczą w pożywce z plazmą i fibrynogenem. Oznaczanie polega na określeniu liczby gronkowców koagulazo-dodatnich w mililitrze lub w gramie próbki. Przygotować próbkę zgodnie z właściwą dla odtłuszczonego mleka w proszku normą, wg PN-EN ISO 8261:2002.

Metody wykrywania: Wykonać posiew na pożywkę selektywną określonej ilości badanej próbki jeżeli produkt jest płynny lub określonej ilości zawiesiny wyjściowej dla innych produktów. Probówki inkubuje się w warunkach beztlenowych, w temperaturze 37°C, przez 24 h do 48 h. Redukcja tellurynu potasu wskazuje na obecność gronkowców przypuszczalnie koagulazo-dodatnich. Po 24 h inkubacji materiał z przypuszczalnie dodatnich probówek przesiewamy na powierzchnię selektywnej pożywki Barid-Parkera, a po 48 h przesiewamy ze wszystkich dodatnich probówek. Płytki inkubuje się w temperaturze 37°C, przez 24 h do 48 h. Na obecność gronkowców koagulazo-dodatnich wskazuje redukcja tellurynu potasu i reakcja z żółtkiem jaja kurzego. Kolonie typowe lub nietypowe potwierdzane są w reakcji wytwarzania koagulazy. Alternatywnie można posiać materiał na powierzchnię pożywki z plazmą króliczą i fibrynogenem, po inkubacji na obecność gronkowców koagulazo-dodatnich wskazuje obecność kolonii wykazujących charakterystyczna reakcję na plazmę i fibrynogen. Wynik podaje się jako „obecność" lub „nieobecność" gronkowców koagulazo-dodatnich w g lub w ml produktu.
Oznaczanie liczby: Najbardziej prawdopodobną liczbę gronkowców koagulazo-dodatnich w gramie lub mililitrze dla potwierdzonych rozcieńczeń próbki oblicza się w oparciu o tablice dla najbardziej prawdopodobnej liczby potwierdzonych kolonii.

Dokumenty związane:

- PN-EN ISO 8261:2002 Mleko i przetwory mleczne. Ogólne zasady przygotowywania próbek, zawiesiny wyjściowej i dziesięciokrotnych rozcieńczeń do badań mikrobiologicznych.
- PN-EN ISO 6888-3:2004 Mikrobiologia żywności i pasz. Horyzontalna metoda oznaczania liczby gronkowców koagulazo-dodatnich (*Staphylococcus areus* i innych gatunków). Część 3: Wykrywanie obecności i oznaczanie małych liczb metodą NPL.

5. Wykrywanie *Salmonella spp*. – metoda rekomendowana do stosowania – Horyzontalna metoda wykrywania *Salmonella spp. w*edług PN-EN ISO 6579:2003

Zasada metody: *Salmonella* to drobnoustroje tworzące typowe lub nie w pełni typowe kolonie na stałych, selektywnych pożywkach, wykazujące charakterystyczne właściwości biochemiczne i serologiczne w testach wykonanych zgodnie z wymaganiami podanymi w tej normie międzynarodowej.
Wykrywanie pałeczek *Salmonella* to stwierdzenie obecności lub braku obecności *Salmonella*, w określonej masie lub objętości produktu, z zastosowaniem metod opisanych w normie.

Wykrywanie obecności pałeczek *Salmonella* odbywa się w czterech kolejnych etapach:

- Przednamnażanie – posiew badanej próbki do zbuforowanej wody peptonowej o temperaturze otoczenia i inkubacji w temperaturze 37°C przez 18 h. Zaleca się, aby przy dużych objętościach, aby zbuforowana woda peptonowa przed wprowadzeniem próbki była podgrzewana do temperatury 37°C.
- Selektywne namnażanie – posiew uzyskanej hodowli do selektywnych pożywek płynnych takich jak: pożywka wg Rappaport-Vassliadis z soją (pożywka RSV) i pożywka wg Muller-Kauffmana z czterotionianem i nowobiocyną (pożywka MKTTn). Inkubacja w pożywce RVS w temperaturze 41,5°C przez 24 h oraz w pożywce MKKTn, w temperaturze 37°C przez 24 h.
- Przesiew na pożywki agarowe i identyfikacja kolonii Salmonella.

  Z otrzymanych hodowli wykonać przesiewy na dwie selektywne pożywki stałe:
  - agar z ksylozą i lizyną (XLD agar);
  - drugą stałą pożywkę selektywną, stanowiącą komplementarne uzupełnienie dla pożywki agarowej XLD, zwłaszcza w celu stwarzania odpowiednich warunków do izolowania lakto-dodatnich szczepów Salmonella oraz szczepów Salmonella Typhi i Salmonella Paratyphi;

  Inkubację pożywki agarowej XLD prowadzić w temperaturze 37°C, a następnie odczytać po 24 h. Drugą selektywną pożywkę agarową należy inkubować zgodnie z zaleceniem producenta.
- Badania potwierdzające – do określenia cech biochemicznych pałeczek *Salmonella* można używać dostępnych na rynku testów identyfikacyjnych, jeżeli wykaże się ich przydatność. Do badań potwierdzających, wybrać z każdej z posianych płytek agarowych co najmniej jedną kolonię uważaną za typową lub podejrzaną. W przypadku wyniku negatywnego wybrać do badań cztery inne kolonie. Wybrane pojedyncze kolonie posiać na płytki z agarem odżywczym, w sposób umożliwiający uzyskanie pojedynczych kolonii. Płytki inkubować w temperaturze 37°C przez 24 h. Do biochemicznych i serologicznych badań potwierdzających używać czystych kultur. Interpretacja wyników testów serologicznych. Szczepy, określane jako Salmonella lub podejrzane o przynależność do rodzaju Salmonella należy przesłać do ośrodka referencyjnego dla tego drobnoustroju w celu wykonania ostatecznego typowania.

Dokumenty związane:

- PN-EN ISO 8261:2002 Mleko i przetwory mleczne. Ogólne zasady przygotowywania próbek, zawiesiny wyjściowej i dziesięciokrotnych rozcieńczeń do badań mikrobiologicznych
- PN-EN ISO 6579:2003 Mikrobiologia żywności i pasz. Horyzontalna metoda wykrywanie *Salmonella spp*.

Wygląd, zapach i smak, konsystencja – metoda rekomendowana do stosowania według PN-ISO 22935-2:2009

Zastosowanie metod analizy sensorycznej/organoleptycznej pozwala na dokładne określenie zmian zachodzących w czasie produkcji i podczas składowania proszku mlecznego w różnych warunkach, a nawet pozwala na ich ilościowe ujęcie. Pod względem jakości zmiany te polegają m.in. na pojawieniu się w profilu smakowitości nuty jełkiej lub tłusto-jełkiej.

Pomieszczenie do przeprowadzania badań: Należy podjąć środki ostrożności, aby znajdujące się w pomieszczeniu do przeprowadzania badań osoby oceniające nie były poddawane oddziaływaniu czynników zewnętrznych. Pomieszczenie do przeprowadzania badań musi być wolne od obcych zapachów i łatwe do utrzymania w czystości. Ściany muszą być w jasnym kolorze. Pomieszczenie do przeprowadzania badań oraz jego oświetlenie muszą być takie, aby nie miały wpływu na cechy ocenianych produktów. Pomieszczenie musi być wyposażone we właściwy czujnik temperatury.

Ocena

- Wygląd
- Sprawdzić zarówno odtworzone mleko, jak i proszek pod katem następujących głównych własności: barwa, czystość oceniana wizualnie, obecność grudek, płatków oraz twardych granulek.
- Zapach i smakowitość
- Ocenę sensoryczną zarówno odtworzonego mleka, jak i mleka w proszku przeprowadzić pod katem zapachu i smakowitości poprzez wąchanie i smakowanie produktu.
- Konsystencja
- Ocenę organoleptyczną zarówno odtworzonego mleka, jak i mleka w proszku przeprowadzić pod kątem odczuwania cząstek w ustach lub gęstości/rzadkości produktu.

Określenia cech, które mogą być stosowane do analiz sensorycznych i organoleptycznych zarówno OMP w proszku jak i odtworzonego są wymienione w zał. A do PN-ISO 22935-2:2013 w tablicach od A.1 do A.3

Zgodnie z Rozporządzeniem Komisji (WE) NR 213/2001 z dnia 9 stycznia 2001 r. w odniesieniu do mleka i przetworów mlecznych innych niż masło, metodą referencyjną, która ma być stosowana przez Państwa Członkowskie do oceny sensorycznej jest albo norma IDF 99C/1997 albo inne porównywalne metody, które są notyfikowane Komisji.

Dokumenty związane:

- PN-ISO 22935-2 Mleko i przetwory mleczne. Analiza sensoryczna. Część 2 : Zalecane metody oceny sensorycznej.

- PN-ISO 22935-3 Mleko i przetwory mleczne. Analiza sensoryczna. Część 3: Wytyczne do oceny zgodności właściwości cech sensorycznych ze specyfikacjami produktu z zastosowaniem metody punktowej.
- Rozporządzenie Komisji (WE) nr 213/2001 z dnia 9 stycznia 2001 r. ustanawiające szczegółowe zasady stosowania Rozporządzenia Rady (WE) nr 1255/1999 w odniesieniu do metod analizy oraz oceny jakości mleka i przetworów mlecznych oraz zmieniające Rozporządzenia (WE) nr 2771/1999 i (WE) nr 2799/1999.

Wskaźnik cząstek przypalonych / ciała obce – metoda rekomendowana do stosowania

Metoda filtracyjna oznaczania zanieczyszczeń mechanicznych oraz cząstek przypalonych według PN-A-86030:1978.

Metoda pozwala wykryć zanieczyszczenia w tym ciała obce. Metoda filtracyjna oznaczania zanieczyszczeń mechanicznych oraz cząstek przypalonych jest łatwa do wykonania i spełnia kryterium wykrywania ciał obcych.

Zasada oznaczania: Oznaczanie polega na stwierdzeniu obecności lub braku obecności cząstek zanieczyszczeń mechanicznych pozostałych na sączku brudnomierza i porównaniu z wzorcami zanieczyszczeń mechanicznych i cząstek przypalonych. Należy przygotować mleko regenerowane mieszając próbkę analityczną odtłuszczonego mleka w proszku z wodą. Wymieszane mleko odstawić na minimum 1 h, aby opadła piana. Umieścić sączek na brudnomierzu i przesączyć odtworzone mleko. Naczynie po mleku przepłukać wodą destylowaną. Popłuczyny również przesączyć przez sączek brudnomierza. Wyjąć sączek z brudnomierza i wysuszyć na bibule filtracyjnej. Stwierdzić obecność lub brak zanieczyszczeń mechanicznych oraz określić stopień zanieczyszczenia w odniesieniu do wzorców. Stopień zanieczyszczenia cząstkami mechanicznymi wyrazić według stopnia zanieczyszczenia, porównując ze wzorcami cząstek przypalonych A, B, C, D. Jeżeli sączek zostanie zakwalifikowany pomiędzy dwoma wzorcami, za wynik prawidłowy uznaje się przyjęcie wzorca z większą liczbą zanieczyszczeń.

Dokumenty związane

- PN-A-86030:1978 Mleko i przetwory mleczarskie. Mleko w proszku. Metody badań, p. 2.5.1.

Analiza mleka z wykorzystaniem spektrometrii w zakresie podczerwieni – metoda zalecana do oznaczania jakości OMP dla minimalnych kryteriów jakościowych kwalifikowalności (tabela 2) – według PN-ISO 9622:2015

Należy rozważyć możliwość badania mleka z wykorzystaniem spektrometrii w zakresie średniej podczerwieni. Wybrane laboratoria posiadające akredytację Polskiego Centrum Akredytacji, oferują wykonywanie analiz z wykorzystaniem tej metody dla oznaczeń zawartość tłuszczu, białka, laktozy, suchej masy, mocznika, punktu zamarzania mleka. Urządzenia dostępne na rynku mają możliwość pomiaru następujących wyróżników mleka w proszku: zawartości tłuszczu, białka, wody, laktozy, kwasowości i innych. Wykorzystanie bliskiej podczerwieni do oznaczania zawartości wody, tłuszczu, białka i laktozy w mleku w proszku opisuje norma ISO 21543:2006 (IDF 201:2006) Milk products – Guidelines for the application of near infrared spectrometry. Należy zatem rozważyć wyposażenie laboratorium magazynu autoryzowanego w taki aparat, co pozwoli na szybką ocenę poziomu takich parametrów jak woda, białko i tłuszcz, dla których kryteria zostały zalecone jako minimalne wymagania kwalifikowalności OMP dla obrotu na *Platformie Żywnościowej*.

Dokumenty związane

- PN-ISO 9622:2015 Mleko i płynne przetwory mleczne. Wytyczne do stosowania spektrometrii w zakresie średniej podczerwieni.
- ISO 21543:2006 (IDF 201:2006) Milk products. Guidelines for the application of near infrared spectrometry.

Opis pozostałych metod stosowanych do oznaczania jakości OMP

Zawartość wody

Oznaczanie zawartości wody (metoda odwoławcza) według normy: PN-EN ISO 5537:2006.

Zasada oznaczania: Przywołana metoda wymaga zastosowania specjalnie przygotowanej suszarki z blokiem metalowym oraz miedzianymi rurkami doprowadzającymi suche powietrze do kolumienek, w których umieszcza się próbkę mleka. Przygotowanie kolumienek polega na ich umieszczeniu z filtrami w bloku metalowym w suszarce ustawionej na temperaturę 87°C na co najmniej 1 h. W trakcie suszenia należy przepuścić przez kolumienki ogrzane suche powietrza pod ciśnieniem.` Kolumienki wyjąć z suszarki, zamknąć korkami i umieścić w pojemniku w eksykatorze i pozostawić do schłodzenia. Po schłodzeniu zamkniętą kolumnę zważyć. Ze zważonej kolumny wyjąć korki oraz górny filtr. W kolumience umieścić około 5,0 g próbki mleka w proszku. Górny filtr

umieścić ponownie w kolumience, zamknąć korkami i zważyć na wadze analitycznej i umieścić ją w eksykatorze. Przygotować wszystkie próbki analityczne powtarzając procedurę oddzielnie dla każdej próbki wykonując czynności tylko dla jednej kolumienki. Każdą kolumienkę umieścić w metalowym bloku, znajdującym się w suszarce. Kolumienki z zawartością suszyć przez 5 h w suszarce w temperaturze 87°C w warunkach przepływającego przez próbkę analityczną suchego ogrzanego powietrza. Po zakończeniu suszenia każdą kolumienkę wyjąć z metalowego bloku, zamknąć korkami i umieścić w eksykatorze i pozostawić do schłodzenia. Po schłodzeniu kolumny wyjąć z eksykatora i zważyć każda oddzielnie z dokładnością do 1 mg. Wynik podać z dokładnością do dwóch miejsc po przecinku.

Dokumenty związane:

- PN-EN ISO 5537:2006 Mleko w proszku. Oznaczanie zawartości wody. (Metoda odwoławcza).

Zawartość tłuszczu

Oznaczanie zawartości tłuszczu w tłuszczomierzu Siegfelda według PN-A-86030:1978

Zasada oznaczania: Oznaczenie polega na rozpuszczeniu białka w kwasie siarkowym, wydzieleniu tłuszczu przez odwirowanie i określenie jego zawartości przy pomocy tłuszczomierza Siegfelda. Należy odważyć odtłuszczone mleko w proszku na wadze analitycznej. Następnie przygotować mleko odtworzone dodając stopniowo wodę destylowaną, a otrzymaną masę przenieść ilościowo do kolby pomiarowej. Kolbę uzupełnić do kreski wodą destylowaną i dokładnie wymieszać. Do tłuszczomierza Siegfelda odmierzyć kwas siarkowy, następnie wprowadzić pipetą po ściance odtworzone mleko i alkohol izoamylowy. Tłuszczomierz zamknąć korkiem, jego zawartość dokładnie wymieszać. Całość wstawić do łaźni wodnej o temperaturze 65°C i inkubować przez około 15 min, okresowo mieszając do całkowitego rozpuszczenia białka. Po ogrzewaniu tłuszczomierz wyjąć i wirować w wirówce 5 min. Inkubację i wirowanie powtórzyć. Tłuszczomierz wyjąc z łaźni wodnej i wyregulować dolny poziom słupka tłuszczu do najbliższej podziałki oznaczonej liczbą. Oczytać dolny i górny poziom słupka tłuszczu według menisku dolnego. Różnica pomiędzy dwoma odczytami stanowi zawartość tłuszczu. Przed przystąpieniem do analiz próbki odtłuszczonego mleka w proszku, wykonać próbę ślepą. Wynik próby ślepej powinien wynieść 0. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 0,1 g tłuszczu na 100 g.

Dokumenty związane:

- PN-A-86030:1978 Mleko i przetwory mleczarskie. Mleko w proszku. Metody badań, p.3.1.3.

Kwasowość miareczkowa w ml decynormalnego roztworu wodorotlenku sodu

Oznaczanie kwasowości miareczkowej (metoda odniesienia) według PN-ISO 6091:2012 (wymagany pehametr).

Zasada oznaczania: Kwasowość miareczkowa mleka w proszku to objętość 0,1 mol/l wodorotlenku sodu zużyta do miareczkowania do pH 8,4 ilości mleka odtworzonego odpowiadającej 10 g suchej masy beztłuszczowej. Oznaczenie kwasowości miareczkowej metodą odniesienia polega na przygotowaniu mleka odtworzonego, gdzie należy odważyć do kolb stożkowych odtłuszczone mleko w proszku, a następnie dodać wodę o temperaturze 20°C, intensywnie wymieszać i pozostawić na około 20 min. Następnie zawartość kolby miareczkować mianowanym roztworem wodorotlenkiem sodu z biurety do wskazania pH 8,4. Miareczkowanie zaleca się prowadzić w atmosferze azotu, w czasie do 60 s, z użyciem mieszadła magnetycznego. Wynik miareczkowania stanowi objętość mianowanego roztworu wodorotlenku sodu zużytego do miareczkowania. Wynik podać do pierwszego miejsca po przecinku.

Dokumenty związane:

- PN-ISO 6091:2012 Mleko w proszku. Oznaczanie kwasowości miareczkowej. (Metoda odniesienia).

Zawartość mleczanów / serwatki kwasowej

Oznaczanie zawartości kwasu mlekowego i mleczanów według PN-EN ISO 8069:2008 / Rozporządzenia Wykonawczego Komisji (UE) 2018/150 z dnia 30 stycznia 2018 r.

Zasada oznaczania: Metoda pozwala na oznaczanie zawartości mleczanów jak i serwatki kwasowej. Zawartość kwasu L- lub D-mlekowego (wskaźnik wykrywania serwatki kwasowe) oraz mleczanów można oznaczyć osobno dodając albo L-LDH, albo D-LDH.

Próbkę analityczną odtłuszczonego mleka w proszku odważyć do zlewki na wadze analitycznej. Próbkę ślepą przygotować, używając wszystkie odczynniki z pominięciem próbki analitycznej. Odważoną próbkę analityczną rozpuścić w podgrzanej wodzie i przenieść ilościowo do kolby pomiarowej. Zawartość kolby schłodzić i dodać kolejno: roztwór heksacyjanożelazianu potasu, roztwór siarczanu cynku i roztwór wodorotlenku sodu. Dopełnić wodą do kreski i pozo-

stawić na 30 min. Mieszaninę przefiltrować przez sączek bibułowy lub odwirować.

Filtrat poddać działaniu enzymów i substancji biochemicznych:

- dehydrogenaza L-mleczanowa (L-LDH) i dehydrogenaza D-mleczanowa (D-LDH) w obecności dinukleotydu nikotynoamido-adeninowego (NAD) – celem utlenienia mleczanu do pirogronianu i przekształcenia NAD do jego zredukowanej formy NADH,
- transaminaza glutamino-pirogronianowa (GPT) w obecności L-glutaminianu – celem przemiany pirogronianu do L-alaniny oraz przekształcenia L-glutaminianu do α-ketoglutaranu.

Do kuwety spektrofotometrycznej dodać odczynniki w określonej kolejności, według poniższego schematu:

- Próbka ślepa: 1,00 ml wody destylowanej, 1,00 ml buforu (pH 10), 0,20 ml roztworu NAD, 0,02 ml zawiesiny GPT.
- Wzorzec D-mleczanu i wzorzec L-mleczanu: 1,00 ml wzorca D-mleczanu lub wzorzec L-mleczanu, 1,00 ml wody destylowanej, 1,00 ml buforu (pH 10), 0,20 ml roztworu NAD, 0,02 ml zawiesiny GPT.
- Próbka: 1,00 ml filtratu próbki, 1,00 ml wody destylowanej, 1,00 ml buforu (pH 10), 0,20 ml roztworu NAD, 0,02 ml zawiesiny GPT.

Zawartość w kuwecie wymieszać szpatułką, pozostawić kuwetę prze 5 min i dokonać pomiaru absorbancji Ab0 i As0.

Następnie dodać do:

- Próbka ślepa i próby: 0,02 ml zawiesiny L-LDH i 0,05 ml zawiesiny D-LDH
- Wzorca D-mleczanu: 0,05 ml zawiesiny D-LDH.
- Wzorca L-mleczanu: 0,02 ml zawiesiny L-LDH.

Zawartość w kuwecie wymieszać szpatułką i po 45 minutach zmierzyć absorbancję (Ab45 i As45) wobec wody przy długości fali 340 nm. Pozostawić kuwetę i po 60 min zmierzyć absorbancję ponownie (Ab60 i As60) wobec wody przy długości fali 340 nm. Ilość powstałego NADH jest oznaczana spektrofotometrycznie i jest proporcjonalna do zawartości kwasu mlekowego i mleczanów.

Zawartość kwasu L- lub D-mlekowego i mleczanów można oznaczyć osobno dodając albo L-LDH, albo D-LDH. W przypadku pomiaru tylko kwasu L-mlekowego i mleczanów absorpcja może być mierzona odpowiednio 30 min i 45 min po wymieszaniu. Wartość absorbancji netto (A) obliczyć według wzoru:

$$A = [(As60 – As0) – 4\,(As60 – As45)] –[(Ab60 – Ab0) – 4\,(Ab60 – Ab60 – Ab45)]$$

Obliczyć zawartość kwasu mlekowego i mleczanów, wyrażoną w mg kwasu mlekowego na 100 g suchej masy beztłuszczowej.

Dokumenty związane:

- PN-EN ISO 8069:2008 Mleko w proszku. Oznaczanie zawartości kwasu mlekowego i mleczanów.

Oznaczanie zawartości kwasu mlekowego i mleczanów

wg Rozporządzenia MRiRW nr 1723 z dnia 8 lipca 2004 r. (zał. II).

Zasada oznaczania: Zawartość kwasu mlekowego i mleczanów jest wyrażana w miligramach kwasu mlekowego na 100 g suchej masy beztłuszczowej. Metoda oznaczania zawartości kwasu mlekowego i mleczanów w mleku w proszku polega na jednoczesnym usunięciu z roztworu próbki tłuszczu, białka i laktozy poprzez dodanie siarczanu miedzi i wodorotlenku wapnia, a następnie jego przefiltrowaniu. Kwas mlekowy i mleczany w filtracie są przekształcane w aldehyd octowy przy użyciu stężonego kwasu siarkowego w obecności siarczanu miedzi. Zawartość kwasu mlekowego oznacza się kolorymetrycznie przy użyciu *p*-hydroksydwufenylu.

Przygotowanie wzorca regenerowanego mleka polega na przeprowadzeniu analizy kilkunastu próbek wysokiej jakości mleka w proszku. Do przygotowania krzywej wzorcowej wybrać próbkę o najniższej zawartości kwasu mlekowego, zawierającą nie więcej niż 30 mg kwasu mlekowego na 100 g suchej masy beztłuszczowej. Równocześnie przeprowadzić analizę próby ślepej, gdy wynik próby ślepej przekracza równowartość 20 mg kwasu mlekowego w 100 g suchej masy beztłuszczowej, sprawdzić odczynniki, a zanieczyszczone wymienić. Podczas oznaczania zawartości kwasu mlekowego i mleczanów w mleku w proszku unikać zanieczyszczenia próbki, szczególnie śliną lub potem. Przygotować krzywą wzorcową dla stężeń 0 mg, 20 mg, 40 mg, 60 mg i 80 mg kwasu mlekowego w 100 g suchej masy beztłuszczowej mleka w proszku.

Do odważonej próbki dodać wodę i dokładnie wymieszać. Z otrzymanego roztworu do skalowanej probówki odmierzyć pipetą jego część, dodać wodę, roztwór siarczanu miedzi, a następnie probówkę odstawić na 10 min. Następnie dodać powoli wytrząsając, zawiesinę wodorotlenku wapnia. Roztwór uzupełnić wodą do kreski, wytrząsać i odstawić probówkę na 10 min. Roztwór filtrować, a pierwszą porcję filtratu odrzucić. Odmierzyć pipetą 1 ml filtratu do probówki. Przy użyciu biurety albo wyskalowanej pipety dodać do probówki roztwór kwasu siarkowego i siarczanu miedzi, a następnie wymieszać. Probówkę ogrzewać we wrzącej łaźni wodnej, a następnie schłodzić. Dodać kilka kropli odczynnika *p*-hydroksydwufenylu i energicznie wytrząsać tak, aby odczynnik rozprowadzić równomiernie w całej cieczy. Probówkę umieścić w łaźni wodnej w temperaturze 30°C, wytrząsając od czasu do czasu. Następnie probówkę umieścić na 90 s we wrzącej łaźni wodnej i schłodzić. Dokonać pomiar wartości absorbancji wo-

bec próby ślepej, przy długości fali 570 nm. W przypadku gdy wartość absorbancji przekracza wartość najwyższego punktu na krzywej wzorcowej, oznaczanie powtórzyć, stosując odpowiednie rozcieńczenia filtratu.

Dokumenty związane:

- Rozporządzenie Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi nr 1723 z dnia 8 lipca 2004 r. w sprawie szczegółowych wymagań w zakresie jakości handlowej oraz metod analiz niektórych rodzajów mleka zagęszczonego i mleka w proszku, przeznaczonego do spożycia przez ludzi. (zał. II).

Test na fosfatazę

Oznaczanie aktywności fosfatazy alkalicznej wg PN-EN ISO 11816-1:2014.

Zasada metody: Aktywność fosfatazy alkalicznej (ALP) to aktywność fosfatazy alkalicznej obecnej w produkcie oznaczona zgodnie z normą PN ISO 11816-1:2013, wyrażona w milijednostkach aktywności enzymu na litr próbki (mU/l). Jednostka aktywności fosfatazy alkalicznej to ilość enzymu fosfatazy alkalicznej, która katalizuje przekształcenie 1 µmola substratu na minutę.

Aktywność fosfatazy alkalicznej w próbce jest mierzona dzięki fluorymetrycznemu pomiarowi kinetyki reakcji. Substrat, którym jest niefluorescencyjny aromatyczny ester monofosforowy, fosforan 2'-[2-benzotiazolilo]-6'-hydroksybenzotiazolowy, w obecności jakiejkolwiek fosfatazy alkalicznej pochodzącej z próbki, podlega hydrolizie z wytworzeniem reszty fosforanowej i produktu silnie fluorescencyjnego. Fluorymetryczny pomiar aktywności fosfatazy alkalicznej (ALP) z użyciem fluorymetru prowadzony jest przez 3 min w temperaturze 30°C. Obejmuje on okres wstępnej inkubacji substratu i próbki, po którym następują wielokrotne odczyty kinetyczne szybkości reakcji. Pierwsza minuta jest okresem wyrównywania (do osiągnięcia temperatury 38°C) Pomiar jest wykonywany od początku drugiej minuty do końca trzeciej minuty.

Przygotowania:

- Mleko pozbawione fosfatazy alkalicznej – przygotować mleko pozbawione fosfatazy alkalicznej, takiego samego typu jak to, które ma być badane. Sprawdzić, czy przygotowana porcja mleka wykazuje aktywność ALP mniejsza niż 10 mU/l.
- Przygotowanie próbki do badań – przygotowane próbki (mleko w proszku regenerowane) ostrożnie wymieszać.

Procedura oznaczenia polega na sprawdzeniu fluorymetru (codzienny test A/D wg instrukcji aparatu). Następnie należy wykonać kontrolę odczynników do badań i gotowego do użycia substratu roboczego oraz przeprowadzić kalibrację po

zainstalowaniu, wymianie lampy, filtra lub gdy wartości kontrolne są nieakceptowalne. Kalibrację wykonuje się dla każdego typu badanego produktu. Wykonać oznaczenie, gdzie za pomocą pipety lub dozownika wprowadzić 2 ml substratu roboczego do kuwety, którą umieścić na 20 min w bloku termostatowanym w temperaturze 38°C. Do roztworu substratu dodać pipetą lub strzykawka 0,075 ml próbki analitycznej, wymieszać przy użyciu Vorteksu przez 5 s, umieścić w fluorymetrze i rozpocząć badanie w ciągu 20 s po dodaniu próbki analitycznej. Pomiar rozpocząć po 60 s, po ustabilizowaniu się temperatury 38°C. Wyniki zaokrąglić do całkowitej mili jednostki.

Dokumenty związane

- PN-EN ISO 11816-1:2014 Mleko i przetwory mleczne. Oznaczanie aktywności fosfatazy alkalicznej. Część 1: Metoda fluorymetryczna dla mleka i napojów na bazie mleka.

Oznaczenie aktywności fosfatazy (zmodyfikowana metoda Sandersa i Sagera)

Według Rozporządzenia MRiRW nr 1723 z dnia 8 lipca 2004 r. (zał. II).

Zasada oznaczania: Aktywność fosfatazy w mleku w proszku jest miarą ilości aktywnej fosfatazy alkalicznej obecnej w produkcie i jest ona wyrażona jako ilość fenolu w µg, uwalnianego przez 1 ml mleka regenerowanego. Metoda oznaczania aktywności fosfatazy w mleku w proszku polega na określeniu zdolności fosfatazy do uwalniania fenolu z fenylofosforanu dwusodu. Ilość uwolnionego fenolu oznaczana jest przez spektrofotometryczny pomiar barwy wywołanej przez odczynnik Gibba.

Aby wykonać oznaczenie aktywności fosfatazy w mleku w proszku do dwóch probówek odmierzyć po 1 ml próbki mleka regenerowanego. Jedną z probówek ogrzewać we wrzącej łaźni wodnej przez 2 minuty. Probówkę schłodzić, a w kolejnych czynnościach obie probówki traktować w identyczny sposób. Dodać do obu roztwór substratu buforowego, wymieszać zawartość probówek i wstawić je do łaźni wodnej o temperaturze 37°C. Probówki inkubować w łaźni wodnej, a następnie probówki krótko ogrzewać we wrzącej łaźni wodnej i schłodzić. Dodać do obu roztwór odczynnika strącającego i wymieszać. Roztwory przesączyć przez suchą bibułę filtracyjną. Odrzucić pierwsze porcje filtratów aż do uzyskania klarownej cieczy. Do probówek odmierzyć po 5 ml każdego filtratu. Dodać roztwór buforu wywołującego barwę i roztwór odczynnika Gibba, a następnie zawartość probówek wymieszać. Probówki odstawić na 30 minut w temperaturze pokojowej w ciemne miejsce, aż pojawi się barwa. Dokonać pomiaru wartości absorbancji roztworu próbki wobec próby ślepej przy długości fali 610 nm. Przygotować krzywą wzorcową, odpowiednio 2 µg, 6 µg, 10 µg i 20 µg fenolu w 1 ml. Wykreślić krzywą wzorcową, zestawiając war-

tości absorbancji dla ilości fenolu w µg. Obliczyć aktywność fosfatazy, wyrażoną w µg fenolu na 1 ml mleka regenerowanego.

Dokumenty związane

- Rozporządzenie Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi nr 1723 z dnia 8 lipca 2004 r. w sprawie szczegółowych wymagań w zakresie jakości handlowej oraz metod analiz niektórych rodzajów mleka zagęszczonego i mleka w proszku, przeznaczonego do spożycia przez ludzi.(zał. II).

Oznaczenie aktywności fosfatazy (metoda według Aschaffenburga i Mullena)

według Rozporządzenia MRiRW nr 1723 z dnia 8 lipca 2004 r. (zał. II).

Zasada oznaczania: Aktywność fosfatazy w mleku w proszku jest miarą ilości aktywnej fosfatazy alkalicznej obecnej w produkcie i jest wyrażona jako ilość *p*-nitrofenolu w mikrogramach, uwalnianego przez 1 ml mleka regenerowanego. Metoda oznaczania aktywności fosfatazy w mleku w proszku polega na rozcieńczeniu regenerowanej próbki mleka substratem buforowym przy pH 10,2 i inkubacji w temperaturze 37°C przez dwie godziny; cała fosfataza alkaliczna obecna w próbce będzie w tych warunkach uwalniać *p*-nitrofenol z dodanego *p*-nitrofenylofosforanu dwusodu. Uwolniony *p*-nitrofenol jest oznaczany przez bezpośrednie porównania z wzorcowymi szkiełkami barwnymi w komparatorze przy zastosowaniu światła odbitego.

Aby wykonać oznaczenie należy rozpuścić mleko w proszku w wodzie, przy czym temperatura podczas rozpuszczania nie może przekroczyć 35°C. Do czystej, suchej probówki odmierzyć pipetą roztwór substratu buforowego i dodać regenerowaną próbkę mleka. Probówkę wymieszać i umieścić w łaźni wodnej o temperaturze 37°C. Jednocześnie umieścić w łaźni wodnej probówkę kontrolną zawierającą roztwór substratu buforowego z ogrzaną do wrzenia regenerowaną próbką mleka. Po dwóch godzinach wyjąć obie probówki z łaźni wodnej. Dodać roztwór siarczanu cynku, a następnie probówki wytrząsać i odstawić na 3 min. Dodać roztwór heksacyjanożelazianu potasu i wymieszać. Otrzymane roztwory filtrować przez karbowany sączek z bibuły filtracyjnej, a klarowne filtraty zbierać w czystych probówkach. Filtraty przenieść do naczynek i porównać w komparatorze filtrat próbki z filtratem próbki kontrolnej. Aktywność fosfatazy w próbce określa się przez bezpośredni odczyt uzyskanego wyniku i wyraża jako ilość µg *p*-nitrofenolu w 1 ml próbki regenerowanego mleka.

Dokumenty związane

- Rozporządzenie Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi nr 1723 z dnia 8 lipca 2004 r. w sprawie szczegółowych wymagań w zakresie jakości handlowej oraz metod analiz niektórych rodzajów mleka zagęszczonego i mleka w proszku, przeznaczonego do spożycia przez ludzi. (zał. II).

Wskaźnik rozpuszczalności

według PN-ISO 8156:2014.

Zasada oznaczania: Należy odważyć odtłuszczone mleko w proszku. Do ogrzanego naczynia do mieszania wlać wodę o tej samej temperaturze, dodać 3 krople środka przeciw pienieniu i przenieść całą próbkę na powierzchnię wody. Naczynie zamontować w mikserze i miksować zawartość. Odtwarzanie mleka przeprowadza się za pomocą specjalnego miksera o dokładnie ustalonych parametrach. Odtworzone mleko odstawiane jest na pewien czas, po czym część mleka jest pobierana i odwirowywana. Z odwirowanej próbki odrzucić substancje tłuszczowe i odessać płyn znad osadu, a pozostały osad ponownie rozproszony w wodzie o temperaturze jak poprzednio. Jeśli objętość osadu przekracza 10 ml opisać wskaźnik nierozpuszczalności, jako powyżej 10 ml. Inaczej probówkę wirówkową ponownie uzupełnić wodą do poziomu, zamknąć i wymieszać, otworzyć i wirować jak wcześniej. Po odwirowaniu odczytać wynik ze skali probówki. Wskaźnik nierozpuszczalności próbki stanowi objętość osadu [ml].

Dokumenty związane:

- PN-ISO 8156:2014 Mleko w proszku i przetwory mleczne w proszku. Oznaczanie wskaźnika nierozpuszczalności.

Wykrywanie maślanki

Ilościowe oznaczenie zawartości fosfatydyloseryny i fosfatydyloetanolaminy – metoda HPLC z odwróconymi fazami

według Rozporządzenia Wykonawczego Komisji (UE) 2018/150 z dnia 30 stycznia 2018 r. (dodatek I).

Zasada metody: Metoda opisuje procedurę ilościowego oznaczania fosfatydyloseryny (PS) oraz fosfatydyloetanolaminy (PE) w odtłuszczonym mleku w proszku i nadaje się do wykrywania suchej masy maślanki w odtłuszczonym mleku w proszku. Zawartość PS + PE: ułamek masowy substancji oznaczony z wykorzystaniem procedury określonej niniejszym. Wynik wyrażony jest w miligramach dipalmitoilu fosfatydyloetanoloaminy (PEDP) na 100 g proszku. Metoda polega na ekstrakcji aminofosfolipidów z odtworzonego odtłuszczonego mleka w proszku za pomocą metanolu. Oznaczaniu PS i PE jako pochodnych o-ftalodialdehydu (OPA) metodą HPLC z odwróconymi fazami (RP) z detekcją

fluoroscencyjną, w odniesienie do próbki wzorcowej zawierającej znaną ilość PEDP.

Aby wykonać oznaczenie należy przygotować wewnętrzny roztwór wzorcowy tryptaminy. Przygotować roztwór wzorcowy PEDP z dodaną tryptaminą. Przygotować odczynnik derywatyzacyjny. Następnie aby przygotować roztwór próbki odważyć do zlewki na wadze analitycznej próbkę odtłuszczonego mleka w proszku. Dodać pipetą ciepłą wodę destylowaną i wymieszać. Odmierzyć pipetą 0,2 ml odtworzonego mleka do 10 ml kolby pomiarowej, dodać 100 µl roztworu 0,15 mM tryptaminy i uzupełnić objętość metanolem. Wymieszać i poddać działaniu ultradźwięków przez 15 minut. Odwirowywać i zebrać supernatant do szklanej probówki.

Oznaczanie za pomocą HPLC

- Rozpuszczalniki elucyjne: Rozpuszczalnik A – Roztwór 0,3 mM diwodorofosforanu sodu i roztwór 3 mM octanu sodu (dostosowane do pH 6,5 za pomocą kwasu octowego) : metanol: tetrahydrofuran = 558:440:2 (v/v/v). Rozpuszczalnik B – metanol.
- Gradient elucji: W celu uzyskania rozdzielenia może okazać się konieczna modyfikacja gradientu elucji.
- Temperatura kolumny: 30°C. Objętość iniekcji: 50 µl odczynnika derywatyzacyjnego i 50 µl roztworu próbki.

Przeprowadzić serię analiz chromatograficznych, wprowadzać zewnętrzny roztwór wzorcowy co 5 – 10 roztworów badanych próbek. Oznaczyć powierzchnię piku PEDP – PEDP, piku tryptaminy – tryptamina, grupy pików PS i PE.

Dokumenty związane

- Rozporządzenie Komisji (WE) nr 213/2001 z dnia 9 stycznia 2001 r. ustanawiające szczegółowe zasady stosowania Rozporządzenia Rady (WE) nr 1255/1999 w odniesieniu do metod analizy oraz oceny jakości mleka i przetworów mlecznych oraz zmieniające Rozporządzenia (WE) nr 2771/1999 i (WE) nr 2799/1999. (zał. XX).

Wykrywanie serwatki podpuszczkowej

Wykrywanie obecności serwatki podpuszczkowej przy pomocy oznaczania glikomakropeptydów metodą wysokosprawnej chromatografii cieczowej (HPLC) według Rozporządzenia Komisji (WE) nr 213/2001 z dnia 9 stycznia 2001 r. (zał. XVIII).

Zasada metody: Omawiana metoda umożliwia wykrywanie obecności serwatki podpuszczkowej w odtłuszczonym mleku w proszku, metodą oznaczania glikomakropeptydów. Zawartość glikomakropeptydów w odtłuszczonym mleku w proszku to zawartość substancji wyrażana jako wartość procentowa

masy.

Aby odtworzyć odtłuszczone mleko w proszku należy odważyć na wadze analitycznej w rurce wirówkowej próbkę mleka odtłuszczonego. Następnie dodać ciepłą wodę i rozpuścić proszek przez potrząsanie, schłodzić. W kolejnym etapie usunąć tłuszcz i białko przez dodanie roztworu kwasu trichlorooctowego, ogrzanie w łaźni wodnej i odwirowywanie lub filtrowanie przez bibułę, odrzucić pierwsze 5 ml filtratu.

Oznaczyć ilościowo glikomakropeptydów (GMP) w supernatantu metodą wysokosprawnej chromatografii cieczowej (HPLC). Faza ruchoma: acetonitryl – woda (1:9), dwie kolumny TSK 2000-SW połączonych szeregowo (długość 30 cm, średnica wewnętrzna 0,75 cm) lub kolumn równorzędnych, wraz z kolumną wstępną (3 cm × 0,3 cm), termostatowanie kolumny 35°C, detektor UV, pomiar przy 205 nm. Dokonać nastrzyk 15–30 µl supernatantu lub filtratu do aparatury HPLC, ustawiając prędkości przepływu wynoszącej 1,0 ml roztworu eluentu na minutę. Wyniki analizy chromatograficznej próbki są otrzymywane w postaci chromatogramu, na którym poszczególne piki określa się przy pomocy ich czasu retencji. Istotne jest zbadanie wyglądu każdego chromatogramu przed dokonaniem interpretacji ilościowej, w celu wykrycia ewentualnych nieprawidłowości będących skutkiem wadliwego działania aparatury lub kolumn bądź wynikających z pochodzenia i rodzaju analizowanej próbki. W razie wątpliwości, analizę powtórzyć. Przeprowadzić kalibrację dla próbek wzorcowych, używając świeżo przygotowanych roztworów. Przed chromatograficznym oznaczaniem próbek należy przygotować kolumny przy pomocy wielokrotnych iniekcji próbki wzorcowej do roztworu aż do momentu, gdy powierzchnia i czas retencji piku odpowiadającego GMP są stałe. Ocenić otrzymany wynik, poprzez odniesienie do próbek wzorcowych składających się z odtłuszczonego mleka w proszku z dodatkiem lub bez dodatku znanej wartości procentowej ilości serwatki w proszku. Obliczyć wyniki zgodnie z RK (WE) nr 213/2001 z dnia 9 stycznia 2001 r. (zał. XVIII).

Dokumenty związane:

- Rozporządzenie Komisji (WE) nr 213/2001 z dnia 9 stycznia 2001 r. ustanawiające szczegółowe zasady stosowania Rozporządzenia Rady (WE) nr 1255/1999 w odniesieniu do metod analizy oraz oceny jakości mleka i przetworów mlecznych oraz zmieniające Rozporządzenia (WE) nr 2771/1999 i (WE) nr 2799/1999. (zał. XVIII).

Wykrywanie substancji przeciwdrobnoustrojowych

Wykrywanie pozostałości antybiotyków i sulfonamidów/dapsonu

Według Rozporządzenia Komisji (WE) nr 213/2001 z dnia 9 stycznia 2001 r. (zał. XXI).

Stosuje się badanie przesiewowe na inhibicję mikrobiologiczną, przy użyciu *Bacillus stearothermophilus* var. *calidolactis* C953 jako mikroorganizmu badanego, o czułości odpowiedniej do wykrycia w mleku 4 µg benzylopenicyliny oraz 100 µg sulfadymidyny. W handlu są dostępne zestawy do badań i można ich używać, o ile posiadają one wymaganą czułość w odniesieniu do benzylopenicyliny i sulfadymidyny.

Do badania używa się odtworzonego odtłuszczonego mleka w proszku (1 g proszku + 9 ml wody destylowanej).

Wyniki interpretować w następujący sposób:

- Powtórzyć badanie dodając do systemu badawczego penicylinazę.
  - ✓ Wynik pozytywny: Przy pomocy tej procedury nie można zidentyfikować substancji hamującej.
  - ✓ Wynik negatywny: Substancją hamującą jest antybiotyk *beta*-laktam.
- Powtórzyć badanie dodając do systemu badawczego kwas *p*-aminobenzoesowy:
  - ✓ Wynik pozytywny: Przy pomocy tej procedury nie można zidentyfikować substancji hamującej.
  - ✓ Wynik negatywny: Substancją hamującą jest sulfonamid/dapson.
- Powtórzyć badanie dodając do systemu badawczego penicylinazę + kwas *p*-aminobenzoesowy:
  - ✓ Wynik pozytywny: Przy pomocy tej procedury nie można zidentyfikować substancji hamującej.
  - ✓ Wynik negatywny: Substancjami hamującymi są antybiotyk *beta*-laktam oraz sulfonamid/dapson.

Dokumenty związane:

- Rozporządzenie Komisji (WE) nr 213/2001 z dnia 9 stycznia 2001 r. ustanawiające szczegółowe zasady stosowania Rozporządzenia Rady (WE) nr 1255/1999 w odniesieniu do metod analizy oraz oceny jakości mleka i przetworów mlecznych oraz zmieniające Rozporządzenia (WE) nr 2771/1999 i (WE) nr 2799/1999. (zał. XXI).

4. Metody próbobrania

W systemie *Platformy Żywnościowej* próbki będą pobierane z oferowanej partii odtłuszczonego mleka w proszku w celu wykonania w laboratorium przy magazynie autoryzowanym badań potwierdzających zgodność jego jakości z wymaganiami określonymi w standardzie jakościowym, przyjętym w tym systemie.

Do pobierania próbek odtłuszczonego mleka w proszku rekomenduje się postępowanie wg Rozporządzenia Wykonawczego Komisji (UE) 2016/1240 z dnia 18 maja 2016 r. oraz PN-EN ISO 707:2009.

- Liczba opakowań wybieranych do analizy próbek zgodnie z:
- partie zawierające nie więcej niż 800 worków po 25 kg: co najmniej 8;
- partie zawierające więcej niż 800 worków po 25 kg: co najmniej 8 plus po jednym na każde kolejne 800 worków lub część tej ilości.
- Masa próbek: z każdego opakowania pobiera się próbki o masie co najmniej 200 g.
- Grupowanie próbek: w skład jednej próbki zbiorczej nie powinno wchodzić więcej niż 9 pojedynczych próbek.
- W przypadku ujawnienia wad w próbkach:
  - ✓ jeżeli próbka zbiorcza wykazuje wady w odniesieniu do jednego z parametrów, ilość, z której pochodzi taka próbka, zostaje odrzucona;
  - ✓ jeżeli próbka zbiorcza wykazuje wady w odniesieniu do więcej niż jednego z parametrów, ilość, z której pochodzi taka próbka, jest odrzucana i pobrane są próbki z pozostałych ilości z tego samego zakładu; analiza tych próbek jest ostateczna. W tym przypadku: — liczba próbek jest podwajana, — jeżeli próbka zbiorcza wykazuje wady w odniesieniu do więcej niż jednego z parametrów, ilość z której pochodzi taka próbka, jest odrzucana.

Przyrządy i sprzęt do pobierania próbek

- Próbnik, o odpowiedniej długości sięgający dna zbiornika z produktem, wykonany z polerowanej stali nierdzewnej lub innego materiału, nie powodującego zmian w próbce, które mogłyby wpłynąć na wynik badań. Wszelkie powierzchnie próbnika powinny być gładkie i wolne od szczelin, rogi powinny być zaokrąglone.
- Czerpak, łyżka lub szeroka łopatka laboratoryjna.
- Pojemnik na próbki, o objętości pozwalające na wypełnienie w 1/2 próbką, co umożliwia właściwe wymieszanie zawartości przez wytrząsanie przed badaniem.

Opis postępowania

Podczas pobierania próbek do badań mikrobiologicznych lub w okresie przed pobraniem próbek do analizy chemicznej i fizycznej oraz do oceny organoleptycznej należy podjąć środki ostrożności, zapewniające ochronę produktu przed wchłanianiem wilgoci z otoczenia. Masa próbki nie powinna być mniejsza niż 100 g.

Pobieranie próbek do analiz fizykochemicznych oraz oceny organoleptycznej

- Sprzęt do pobierania próbek powinien być czysty, suchy i nie wpływać na takie właściwości jak smak, zapach, konsystencja lub skład produktu.

- Czysty suchy próbnik wprowadzić do produktu, jeśli jest to niezbędne kładąc zbiornik na boku, tak aby otwór próbnika skierowany był ku dołowi i stosować równomierną szybkość penetracji, kiedy próbnik osiągnie dno zbiornika, obrócić go o 180°, wycofać i przenieść zawartość do pojemnika na próbkę.
- Stosownie do celu przewidywanego badania, próbka może być także pobrana czerpakiem.
- Po zakończeniu pobierania próbki, pojemnik z próbką niezwłocznie zamknąć.

Niedozwolone jest konserwowanie próbek odtłuszczonego mleka w proszku przeznaczonego do oceny sensorycznej, badań mikrobiologicznych, fizycznych i chemicznych.

Pobieranie próbek do badań mikrobiologicznych

- Zawsze pobierać najpierw próbki do badań mikrobiologicznych zachowując warunki jałowości, jeśli jest to możliwe, z tych samych zbiorników, z których pobierane będą próbki do analizy chemicznej i fizycznej oraz do oceny organoleptycznej.
- Sprzęt do pobierania próbek powinien być czysty i wysterylizowany przed użyciem.
- Aby usunąć warstwę powierzchniową produktu z obszaru pobierania próbek, należy stosować wysterylizowaną łyżkę lub łopatkę.
- Próbkę pobrać wysterylizowanym próbnikiem, jeśli jest to możliwe ze środka pojemnika na produkt. Czysty suchy próbnik wprowadzić do produktu, stosować równomierną szybkość penetracji, kiedy próbnik osiągnie dno zbiornika, obrócić go o 180°, wycofać i jak najszybciej przenieść próbkę do jałowego pojemnika na próbki, który powinien być niezwłocznie zamknięty, przy zachowaniu warunków jałowości.

Przechowywanie próbek

- Ogólne wytyczne przechowywania mleka w proszku zalecają temperaturę otoczenia, jednak nie większą niż 30°C.
- W czasie przechowywania próbki powinny być chronione, aby ich stan od momentu pobrania nie uległ istotnym zmianom.
- Próbki odtłuszczonego mleka w proszku powinny być przekazane do laboratorium bezpośrednio po pobraniu, najlepiej w czasie krótszym niż 24 h.

Dokumenty związane

- Rozporządzenie Wykonawcze Komisji (UE) 2016/1240 z dnia 18 maja 2016 r. ustalające zasady stosowania Rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (UE) nr 1308/2013 w odniesieniu do interwencji publicznej i dopłat do prywatnego przechowywania.
- PN-EN ISO 707:2009 Mleko i przetwory mleczne. Wytyczne do pobierania próbek.

5. Wyposażenie niezbędne do oceny jakości odtłuszczonego mleka w proszku w laboratorium przy magazynie

Laboratorium magazynu autoryzowanego powinno posiadać wyposażenie pozwalające na wykonanie badania wszystkich podstawowych wyróżników jakościowych uwzględnionych w standardach jakościowych. Przeprowadzenie badań jakości według rekomendowanych metod sprawdzenia kryteriów minimalnych i giełdy nowozelandzkiej wymaga następującego wyposażenia laboratorium:

- Łaźnia wodna, umożliwiająca utrzymanie temperatury 38°C;
- Waga analityczna, o dokładności 0,1 mg;
- Kolby Kjeldahla, o pojemności 500 ml lub 800 ml;
- Aparat do mineralizacji, utrzymujący kolby Kjeldahla;
- Aparat do destylacji;
- Automatyczne urządzenie do miareczkowania wyposażone w pehametr;
- Biureta lub pipeta automatyczna;
- Termometr, umożliwiające pomiar temperatury do 120°C;
- Eksykator;
- Wirówka przeznaczona do wirowania kolb ekstrakcyjnych lub probówek do ekstrakcji o prędkości obrotowej 500 min^{-1} do 600 min^{-1};
- Zestaw do destylacji lub odparowania, w temperaturze nie przekraczającej 100°C;
- Suszarka umożliwiająca suszenie w 102°C w całej przestrzeni roboczej przy całkowicie otwartych otworach wentylacyjnych;
- Łaźnia wodna odpowiednia do utrzymywania temperatury 65°C;
- Kolby ekstrakcyjne typu Majonniera wyposażone w korki z naturalnego korka lub innego materiału nie ulegającego działaniu stosowanych odczynników;
- Statyw do utrzymywania kolb ekstrakcyjnych;
- Naczynia do zbierania tłuszczu, takie jak kolby destylacyjne płaskodenne o pojemności od 125 ml do 250 ml, kolby stożkowe o pojemności 250 ml lub naczynia metalowe ze stali nierdzewnej, płaskodenne, średnicy 80 – 100 mm i wysokości około 50 mm.
- Szkło laboratoryjne pomiarowe, cylindry pomiarowe o pojemności 5 ml i 25 ml; pipety z podziałką o pojemności 10 ml; kolby pomiarowe jednomiarowe o pojemności 100 ml;
- Drobne wyposażenie laboratoryjne, substancje ułatwiające wrzenie, np. odtłuszczona, nieporowata porcelanka lub węglik krzemu (karbo-

rund); szczypce metalowe; tryskawka odpowiednia do zastosowania z mieszaniną eterów dietylowego i naftowego (inna niż z tworzywa sztucznego);

- Wyposażenie laboratorium do badań sensorycznych:
  - ✓ Aparatura
  - ✓ Waga
  - ✓ Pojemniki do ważenia
  - ✓ Mikser elektryczny
  - ✓ Termometr
  - ✓ Zlewki
  - ✓ Łyżeczki
  - ✓ Zegar
  - ✓ Cylinder pomiarowy
  - ✓ Neutralizatory smaku
  - ✓ Szklanki
  - ✓ Pojemniki na próbki
- Wyposażenie laboratorium mikrobiologicznego:
  - ✓ Aparat do suchej sterylizacji (sterylizator) lub do mokrej sterylizacji (autoklaw)
  - ✓ Cieplarka, umożliwiająca utrzymanie temperatury 30°C ± 1°C.
  - ✓ Płytki Petriego, szklane lub z tworzywa, o średnicy od 90 mm do 100 mm.
  - ✓ Pipety z podziałką, o nominalnej pojemności 1 ml.
  - ✓ Łaźnia wodna, umożliwiająca utrzymanie temperatury od 44°C do 47°C.
  - ✓ Urządzenie do liczenia kolonii.
  - ✓ Probówki bakteriologiczne, o wymiarach 16 mm x 160 mm.
  - ✓ Probówki Durhama, o średnicy odpowiedniej do stosowanych probówek bakteriologicznych.
  - ✓ Butelki lub pojemniki, odpowiednie do gotowania i przechowywania pożywek.
  - ✓ Pehametr, o dokładności ± 0,1 jednostki pH w temperaturze 25°C.
  - ✓ Eza bakteriologiczna, platynowo-irydowa lub niklowo-chromowa średnicy około 3 mm lub ezy jednorazowe.

6. Opakowanie

Zalecanymi opakowaniami do mleka odtłuszczonego w proszku przeznaczonego do obrotu na *Platformie Żywnościowej* są worki o masie netto 25 kg lub w duże worki o masie nieprzekraczającej 1500 kg (np. opakowania/kontenery big-bag o poj. 1000 kg). Ten typ opakowań gwarantuje ochronę

przed wilgocią, szkodliwym wpływem środowiska zewnętrznego, chroni przed uszkodzeniami mechanicznymi, ułatwia transport i przechowywanie.

Ponadto zastosowanie mają przepisy dotyczące dostarczania i pakowania odtłuszczonego mleka w proszku określone w części II pkt 2 i 3 załącznika V do Rozporządzenia wykonawczego (UE) 2016/1240.

Odtłuszczone mleko w proszku jest pakowane w nowe, czyste, suche i nienaruszone worki spełniające następujące wymogi:

- worki mają co najmniej 3 warstwy, które łącznie dają średnią wytrzymałość do 420 J/m2 TEA;
- druga warstwa pokryta jest warstwą polietylenową o grubości co najmniej 15 g/m^2;
- w środku warstw papierowych umieszczona jest torba polietylenowa o grubości co najmniej 0,08 mm, przytwierdzona na dole;
- worki odpowiadają normie PN-EN 770:1998;
- w czasie pakowania proszek powinien być dobrze sprasowany. Nie wolno dopuścić, by luźny proszek znalazł się między poszczególnymi warstwami.

Dokumenty związane:

- Rozporządzenie Wykonawcze Komisji (UE) 2016/1240 z dnia 18 maja 2016 r. ustalające zasady stosowania Rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (UE) nr 1308/2013 w odniesieniu do interwencji publicznej i dopłat do prywatnego przechowywania.
- PN-EN 770:1998 Worki do transportu środków spożywczych. Worki papierowe.

7. Znakowanie

Na opakowaniach mleka odtłuszczonego w proszku przeznaczonego do obrotu na *Platformie Żywnościowej* powinny zostać umieszczone co najmniej następujące dane, w stosownych przypadkach w postaci kodu:

- masa netto
- numer zatwierdzenia identyfikującego zakład oraz państwo członkowskie produkcji;
- data produkcji lub, w stosownych przypadkach, tydzień produkcji;
- numer produkcyjny partii;
- napis: „odtłuszczone mleko w proszku otrzymane metodą rozpyłową”

Dokumenty związane:

- Rozporządzenie Wykonawcze Komisji (UE) 2016/1240 z dnia 18 maja 2016 r. ustalające zasady stosowania Rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (UE) nr 1308/2013 w odniesieniu do interwencji publicznej i dopłat do prywatnego przechowywania.

8. Warunki przechowywania

Odtłuszczone mleko w proszku ze względu na niewielką zawartość wody i tłuszczu ma stosunkowo długą trwałość. Głównymi parametrami które wpływają na przechowywanie mają temperatura i wilgotność względna w miejscu składowania.

- temperatura składowania: 1 – 25°C
- wilgotność względna: 70 – 75%.
- Cechy magazynów autoryzowanych:
- Powierzchnia przechowalnicza minimum 600 ton.
- zdolności przeładunkowe, umożliwiające przyjęcie do magazynu w ciągu doby nie mniej niż 100 ton OMP (netto);
- wagi (z ważną legalizacją) umożliwiające ważenie:
  - pojedynczych palet z OMP (po 40 worków o wadze 25 kg netto każdy) z dokładnością do 1 kg,
  - pojedynczych worków z dokładnością co najmniej do 0,2 kg;
- rejestr operacji magazynowych w systemie komputerowym;
- utrzymanie właściwej jakości przechowywanego OMP, umożliwiające kontrolę składowanych zapasów oraz zapewniające ich ochronę i nienaruszalność;
- Magazyn powinien w szczególności spełniać następujące kryteria:
- być suchy, czysty i dobrze utrzymany, pozbawiony obcych zapachów oraz wolny od szkodników;
- posiadać dobrą wentylację;
- ściany budynku bez okien lub okna zabezpieczone przed dostępem światła;
- zadaszone miejsce przeładunku;
- oświetlenie w całym budynku umożliwiające przeprowadzenie kontroli OMP;
- wydzielone miejsce/pomieszczenie umożliwiające pobieranie w odpowiednich (higienicznych) warunkach próbek OMP do badań jakościowych (zapewniające właściwe oświetlenie, dostęp do ciepłej wody, itp.);
- odpowiednie zabezpieczenie przed dostępem gryzoni, ptaków, a także kradzieżą i włamaniem;
- spełnianie wymogów przeciwpożarowych, zgodnie z obowiązującymi w tym zakresie przepisami;
- poddawanie magazynu stosownym zabiegom w celu zwalczania szkodników.

9. REKOMENDACJE DLA POTRZEB *PLATFORMY ŻYWNOŚCIOWEJ*

9.1. Minimalne kryteria kwalifikowalności OMP

Zawartość białka
Zawartość wody
Zawartość tłuszczu
Barwa, konsystencja, smak i zapach

9.2. Minimalne wymagania jakościowe dla OMP

Parametry	Kryterium jakościowe
Parametry organoleptyczne	
Barwa	Jednolita, biały do kremowego
Konsystencja	Proszek, jednolity
Smak i zapach	Typowy dla mleka pasteryzowanego, bez obcych smaków i zapachów
Parametry fizykochemiczne	
Zawartość tłuszczu	Nie więcej niż 1,25%
Zawartość wody	Nie więcej niż 4%
Zawartość białka	Co najmniej 34%

9.3. Rekomendowane metody oznaczania jakości OMP

- **w laboratoriach autoryzowanych magazynów**

Parametry	Kryterium jakościowe	Rekomendowana metoda oznaczania
Zawartość białka	Co najmniej 34%	PN-EN ISO 8968-1:2014
Zawartość tłuszczu	Nie więcej niż 1,25%	PN-EN ISO 1736:2010
Zawartość wody	Nie więcej niż 4%	Rozporządzenie MRiRW nr 1723/2004 z dnia 8 lipca 2004 r. / PN-A-86030:1978
Zawartość białka, tłuszczu i wody*	Kryteria jak powyżej	PN-ISO 9622:2015
Barwa	Jednolita, biały do kremowego	PN-ISO 22935-2:2013/ PN-ISO 22935-3:2013
Konsystencja	Proszek, jednolita	
Smak i zapach	Typowy dla mleka pasteryzowanego, bez obcych smaków i zapachów	

Dokumenty związane:

- PN-EN ISO 8968-1:2014 Mleko i przetwory mleczne. Oznaczanie zawartości azotu. Część 1: Zasada Kjeldahla i obliczanie białka surowego.

- PN-EN ISO 1736:2010 Mleko w proszku i przetwory mleczne w proszku. Oznaczanie zawartości tłuszczu. Metoda grawimetryczna (Metoda odniesienia).
- PN-A-86030:1978 Mleko i przetwory mleczarskie. Mleko w proszku. Metody badań.
- Rozporządzenie Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi nr **1723** z dnia 8 lipca 2004 r. w sprawie szczegółowych wymagań w zakresie jakości handlowej oraz metod analiz niektórych rodzajów mleka zagęszczonego i mleka w proszku, przeznaczonego do spożycia przez ludzi.
- PN-ISO 22935-2 Mleko i przetwory mleczne. Analiza sensoryczna. Część 2 : Zalecane metody oceny sensorycznej.
- PN-ISO 22935-3 Mleko i przetwory mleczne. Analiza sensoryczna. Część 3: Wytyczne do oceny zgodności właściwości cech sensorycznych ze specyfikacjami produktu z zastosowaniem metody punktowej.
- PN-ISO 9622:2015 Mleko i płynne przetwory mleczne – Wytyczne do stosowania spektrometrii w zakresie średniej podczerwieni.

*Po podjęciu decyzji o wyposażeniu laboratoriów przy magazynach autoryzowanych w urządzenia wykorzystujące spektrometrię w zakresie średniej podczerwieni.

- **<u>w laboratoriach odwoławczych (akredytowanych)</u>**

Parametry	Kryterium jakościowe	Rekomendowana metoda oznaczania
Zawartość białka	Co najmniej 34%	PN-EN ISO 8968-1:2014
Zawartość tłuszczu	Nie więcej niż 1,25%	PN-EN ISO 1736:2010
Zawartość wody	Nie więcej niż 4%	PN-EN ISO 5537:2006 metoda odwoławcza
Barwa	Jednolita, biały do kremowego	PN-ISO 22935-2:2013/ PN-ISO 22935-3:2013
Konsystencja	Proszek, jednolita	
Smak i zapach	Typowy dla mleka pasteryzowanego, bez obcych smaków i zapachów	

Dokumenty związane:

- PN-EN ISO 8968-1:2014 Mleko i przetwory mleczne. Oznaczanie zawartości azotu. Część 1: Zasada Kjeldahla i obliczanie białka surowego.
- PN-EN ISO 1736:2010 Mleko w proszku i przetwory mleczne w proszku. Oznaczanie zawartości tłuszczu. Metoda grawimetryczna (Metoda odniesienia).
- PN-EN ISO 5537:2006 Mleko w proszku. Oznaczanie zawartości wody. (Metoda odwoławcza).
- PN-ISO 22935-2 Mleko i przetwory mleczne. Analiza sensoryczna. Część 2 : Zalecane metody oceny sensorycznej.
- PN-ISO 22935-3 Mleko i przetwory mleczne. Analiza sensoryczna. Część 3: Wytyczne do oceny zgodności właściwości cech sensorycznych ze specyfikacjami produktu z zastosowaniem metody punktowej.

9.4. Metody próbobrania

Do pobierania próbek odtłuszczonego mleka w proszku rekomenduje się postępowanie wg Rozporządzenia Wykonawczego Komisji (UE) 2016/1240 z dnia 18 maja 2016 r. oraz PN-EN ISO 707:2009.

- Liczba opakowań wybieranych do analizy próbek zgodnie z:
  - partie zawierające nie więcej niż 800 worków po 25 kg: co najmniej 8;
  - partie zawierające więcej niż 800 worków po 25 kg: co najmniej 8 plus po jednym na każde kolejne 800 worków lub część tej ilości.
- Masa próbek: z każdego opakowania pobiera się próbki o masie co najmniej 200 g.
- Grupowanie próbek: w skład jednej próbki zbiorczej nie powinno wchodzić więcej niż 9 pojedynczych próbek.

Minimalna wielkość partii dostarczanej do magazynów: 10 000 kg.

Dokumenty związane:

- Rozporządzenie Wykonawcze Komisji (UE) 2016/1240 z dnia 18 maja 2016 r. ustalające zasady stosowania Rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (UE) nr 1308/2013 w odniesieniu do interwencji publicznej i dopłat do prywatnego przechowywania.

9.5. Wyposażenie niezbędne do oceny jakości w laboratorium przy magazynie

Laboratorium magazynu autoryzowanego powinno posiadać wyposażenie pozwalające na wykonanie badania minimalnych kryteriów kwalifikowalności: Przeprowadzenie badań według rekomendowanych metod wymaga następującego wyposażenia:

- Łaźnia wodna, umożliwiająca utrzymanie temperatury 38°C;
- Waga analityczna, o dokładności 0,1 mg;
- Kolby Kjeldahla, o pojemności 500 ml lub 800 ml;
- Aparat do mineralizacji, utrzymujący kolby Kjeldahla;
- Aparat do destylacji;
- Automatyczne urządzenie do miareczkowania wyposażone w pehametr;
- Biureta lub pipeta automatyczna;
- Termometr, umożliwiające pomiar temperatury do 120°C;
- Eksykator;
- Wirówka przeznaczona do wirowania kolb ekstrakcyjnych lub probówek do ekstrakcji o prędkości obrotowej 500 min^{-1} do 600 min^{-1};

- Zestaw do destylacji lub odparowania, w temperaturze nie przekraczającej 100°C;
- Suszarka umożliwiająca suszenie w 102°C w całej przestrzeni roboczej przy całkowicie otwartych otworach wentylacyjnych;
- Łaźnia wodna odpowiednia do utrzymywania temperatury 65°C;
- Kolby ekstrakcyjne typu Majonniera wyposażone w korki z naturalnego korka lub innego materiału nie ulegającego działaniu stosowanych odczynników;
- Statyw do utrzymywania kolb ekstrakcyjnych;
- Naczynia do zbierania tłuszczu, takie jak kolby destylacyjne płaskodenne o pojemności od 125 ml do 250 ml, kolby stożkowe o pojemności 250 ml lub naczynia metalowe ze stali nierdzewnej, płaskodenne, średnicy 80 – 100 mm i wysokości około 50 mm.
- Szkło laboratoryjne pomiarowe, cylindry pomiarowe o pojemności 5 ml i 25 ml; pipety z podziałką o pojemności 10 ml; kolby pomiarowe jednomiarowe o pojemności 100 ml;
- Drobne wyposażenie laboratoryjne, substancje ułatwiające wrzenie, np. odtłuszczona, nieporowata porcelanka lub węglik krzemu (karborund); szczypce metalowe; tryskawka odpowiednia do zastosowania z mieszaniną eterów dietylowego i naftowego (inna niż z tworzywa sztucznego);
- Opcjonalnie zamiast powyższego wyposażenia urządzenie do spektrometrii w podczerwieni;
- Wyposażenie laboratorium do badań sensorycznych:
  - Aparatura
  - Waga
  - Pojemniki do ważenia
  - Mikser elektryczny
  - Termometr
  - Zlewki
  - Łyżeczki
  - Zegar
  - Cylinder pomiarowy
  - Neutralizatory smaku
  - Szklanki
  - Pojemniki na próbki.

9.6 Opakowanie

Rekomendowanymi opakowaniami do mleka odtłuszczonego w proszku przeznaczonego do obrotu na *Platformie Żywnościowej* są worki o masie netto 25 kg lub w duże worki o masie nieprzekraczającej 1500 kg (np. opakowania/kontenery big-bag o poj. 1000 kg). Ponadto zastosowanie mają przepisy dotyczące dostarczania i pakowania odtłuszczonego mleka w proszku określone w części II pkt 2 i 3 załącznika V do Rozporządzenia wykonawczego (UE) 2016/1240.

Odtłuszczone mleko w proszku jest pakowane w nowe, czyste, suche i nienaruszone worki spełniające następujące wymogi:

- worki mają co najmniej 3 warstwy, które łącznie dają średnią wytrzymałość do 420 J/m^2 TEA;
- druga warstwa pokryta jest warstwą polietylenową o grubości co najmniej 15 g/m^2;
- w środku warstw papierowych umieszczona jest torba polietylenowa o grubości co najmniej 0,08 mm, przytwierdzona na dole;
- worki odpowiadają normie PN-EN 770:1998;

Dokumenty związane:

- Rozporządzenie Wykonawcze Komisji (UE) 2016/1240 z dnia 18 maja 2016 r. ustalające zasady stosowania Rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (UE) nr 1308/2013 w odniesieniu do interwencji publicznej i dopłat do prywatnego przechowywania.
- PN-EN 770:1998 Worki do transportu środków spożywczych. Worki papierowe.

9.7 Znakowanie

Na opakowaniach mleka odtłuszczonego w proszku przeznaczonego do obrotu na *Platformie Żywnościowej* powinny zostać umieszczone co najmniej następujące dane, w stosownych przypadkach w postaci kodu:

- masa netto
- numer identyfikacyjny zakładu produkcyjnego oraz państwo członkowskie produkcji;
- data produkcji lub, w stosownych przypadkach, tydzień produkcji;
- numer produkcyjny partii;
- napis: „odtłuszczone mleko w proszku otrzymane metodą rozpyłową”

Dokumenty związane:

- Rozporządzenie Wykonawcze Komisji (UE) 2016/1240 z dnia 18 maja 2016 r. ustalające zasady stosowania Rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (UE) nr 1308/2013 w odniesieniu do interwencji publicznej i dopłat do prywatnego przechowywania.

9.8 Warunki przechowywania

Rekomendowane warunki magazynowania – magazyny autoryzowane KOWR

- temperatura składowania: 1 – 25°C
- wilgotność względna: 70 – 75%.

Cechy magazynów autoryzowanych:

- Powierzchnia przechowalnicza minimum 600 ton.
- zdolności przeładunkowe, umożliwiające przyjęcie do magazynu w ciągu doby nie mniej niż 100 ton OMP (netto);
- wagi (z ważną legalizacją) umożliwiające ważenie:
  - pojedynczych palet z OMP (po 40 worków o wadze 25 kg netto każdy) z dokładnością do 1 kg,
  - pojedynczych worków z dokładnością co najmniej do 0,2 kg;
- rejestr operacji magazynowych w systemie komputerowym;
- utrzymanie właściwej jakości przechowywanego OMP, umożliwiające kontrolę składowanych zapasów oraz zapewniające ich ochronę i nienaruszalność.

Magazyn powinien w szczególności spełniać następujące kryteria:

- być suchy, czysty i dobrze utrzymany, pozbawiony obcych zapachów oraz wolny od szkodników;
- posiadać dobrą wentylację;
- ściany budynku bez okien lub okna zabezpieczone przed dostępem światła;
- zadaszone miejsce przeładunku;
- oświetlenie w całym budynku umożliwiające przeprowadzenie kontroli OMP;
- wydzielone miejsce/pomieszczenie umożliwiające pobieranie w odpowiednich (higienicznych) warunkach próbek OMP do badań jakościowych (zapewniające właściwe oświetlenie, dostęp do ciepłej wody, itp.);
- odpowiednie zabezpieczenie przed dostępem gryzoni, ptaków, a także kradzieżą i włamaniem;
- spełnianie wymogów przeciwpożarowych, zgodnie z obowiązującymi w tym zakresie przepisami;
- poddawanie magazynu stosownym zabiegom w celu zwalczania szkodników.

LITERATURA

[1.] PN-EN ISO 707:2009 Mleko i przetwory mleczne. Wytyczne do pobierania próbek.
[2.] PN-A-86030:1978 Mleko i przetwory mleczarskie. Mleko w proszku. Metody badań.
[3.] PN-EN ISO 5537:2006 Mleko w proszku. Oznaczanie zawartości wody. (Metoda odwoławcza).
[4.] PN-A-86024:1992 Mleko i przetwory mleczarskie. Mleko w proszku. Załącznik do PN-A-86024:1992.
[5.] PN-EN ISO 8968-1:2014 Mleko i przetwory mleczne. Oznaczanie zawartości azotu. Część 1: Zasada Kjeldahla i obliczanie białka surowego.
[6.] PN-EN ISO 1736:2010 Mleko w proszku i przetwory mleczne w proszku. Oznaczanie zawartości tłuszczu. Metoda grawimetryczna (Metoda odniesienia).
[7.] PN-ISO 6092:2017 Mleko w proszku. Oznaczanie kwasowości miareczkowej (Metoda rutynowa)
[8.] PN-ISO 6091:2012 Mleko w proszku. Oznaczanie kwasowości miareczkowej. (Metoda odniesienia).
[9.] PN-EN ISO 8069:2008 Mleko w proszku. Oznaczanie zawartości kwasu mlekowego i mleczanów.
[10.] PN-EN ISO 11816-1:2014 Mleko i przetwory mleczne. Oznaczanie aktywności fosfatazy alkalicznej. Część 1: Metoda fluorymetryczna dla mleka i napojów na bazie mleka
[11.] PN-ISO 8156:2014 Mleko w proszku i przetwory mleczne w proszku. Oznaczanie wskaźnika nierozpuszczalności.
[12.] PN-EN ISO 4833-1:2013 Mikrobiologia łańcucha żywnościowego. Horyzontalna metoda oznaczania liczby drobnoustrojów. Część 1: Oznaczanie liczby metodą posiewu zalewowego w temperaturze 30 stopni C.
[13.] PN-ISO 4832:2007 Mikrobiologia żywności i pasz. Horyzontalna metoda oznaczania liczby bakterii z grupy coli. Metoda płytkowa.
[14.] PN EN ISO 21527-2:2009 Mikrobiologia żywności i pasz. Horyzontalna metoda oznaczania liczby drożdży i pleśni. Część 2: Metoda liczenia kolonii w produktach o aktywności wody niższej lub równej 0,95.
[15.] PN-EN ISO 6888-3:2004 Mikrobiologia żywności i pasz. Horyzontalna metoda oznaczania liczby gronkowców koagulazo-dodatnich (Staphylococcus

areus i innych gatunków). Część 3: Wykrywanie obecności i oznaczanie małych liczb metodą NPL

[16.] PN-EN ISO 6579:2003; PN-EN ISO 6579:2003/A1:2007 Mikrobiologia łańcucha żywnościowego. Horyzontalna metoda wykrywania, oznaczania liczby i serotypowania Salmonella. Część 1: Wykrywanie Salmonella spp.

[17.] PN-EN ISO 8261:2002 Mleko i przetwory mleczne. Ogólne zasady przygotowywania próbek, zawiesiny wyjściowej i dziesięciokrotnych rozcieńczeń do badań mikrobiologicznych

[18.] PN-ISO 22935-2 Mleko i przetwory mleczne. Analiza sensoryczna. Część 2: Zalecane metody oceny sensorycznej.

[19.] PN-ISO 22935-3 Mleko i przetwory mleczne. Analiza sensoryczna. Część 3: Wytyczne do oceny zgodności właściwości cech sensorycznych ze specyfikacjami produktu z zastosowaniem metody punktowej

[20.] PN-EN 770:1998 Worki do transportu środków spożywczych. Worki papierowe.

[21.] PN-ISO 9622:2015 Mleko i płynne przetwory mleczne. Wytyczne do stosowania spektrometrii w zakresie średniej podczerwieni.

[22.] ISO 21543:2006 (IDF 201:2006) Milk products. Guidelines for the application of near infrared spectrometry.

AKTY PRAWNE

[23.] Rozporządzenie Delegowane Komisji (UE) 2016/1238 z dnia 18 maja 2016 r. uzupełniające Rozporządzenie Parlamentu Europejskiego i Rady (UE) nr 1308/2013 w odniesieniu do interwencji publicznej i dopłat do prywatnego przechowywania.

[24.] Rozporządzenie Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi nr 1723 z dnia 8 lipca 2004 r. w sprawie szczegółowych wymagań w zakresie jakości handlowej oraz metod analiz niektórych rodzajów mleka zagęszczonego i mleka w proszku, przeznaczonego do spożycia przez ludzi.

[25.] Rozporządzenie Komisji (WE) nr 213/2001 z dnia 9 stycznia 2001 r. ustanawiające szczegółowe zasady stosowania Rozporządzenia Rady (WE) nr 1255/1999 w odniesieniu do metod analizy oraz oceny jakości mleka i przetworów mlecznych oraz zmieniające Rozporządzenia (WE) nr 2771/1999 i (WE) nr 2799/1999.

[26.] Rozporządzenie Wykonawcze Komisji (UE) 2016/1240 z dnia 18 maja 2016 r. ustalające zasady stosowania Rozporządzenia Parlamentu Europejskiego

i Rady (UE) nr 1308/2013 w odniesieniu do interwencji publicznej i dopłat do prywatnego przechowywania.

[27.] Rozporządzenie Wykonawcze Komisji (UE) 2018/150 z dnia 30 stycznia 2018 r. zmieniające Rozporządzenie wykonawcze (UE) 2016/1240 w odniesieniu do metod analizy oraz oceny jakości mleka i przetworów mlecznych kwalifikujących się do interwencji publicznej i dopłat do prywatnego przechowywania.

V. TUSZE WIEPRZOWE

1. Kryteria kwalifikowalności dla półtusz wieprzowych

Na *Platformę Żywnościową* mogą być przekazywane półtusze wieprzowe chłodzone tylko przez ubojnie lub innych uczestników rynku rolnego którzy wdrożyli i utrzymali obligatoryjny system HACCP. Jednorazowa partia powinna stanowić przynajmniej masę surowca wielkości jednego samochodu-chłodni o ładowności 7 ton. Do transportu można przeznaczyć tylko półtusze w pełni zdatne do spożycia, oznakowanie przez lekarza weterynarii owalnym znakiem jakości zdrowotnej, zawierającym następujące informacje: nazwę państwa w postaci kodu dwuliterowego, numer identyfikacyjny ubojni oraz znak CE lub EC, gdyż ubojnie polskie znajdują się na terenie Unii Europejskiej.

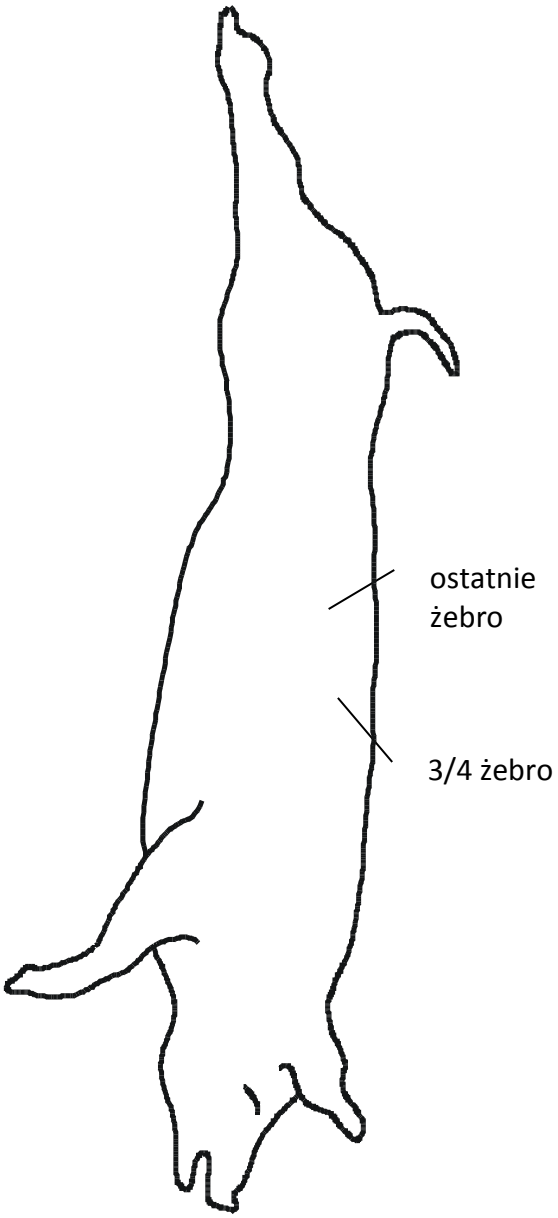
2. Minimalne wymagania jakościowe

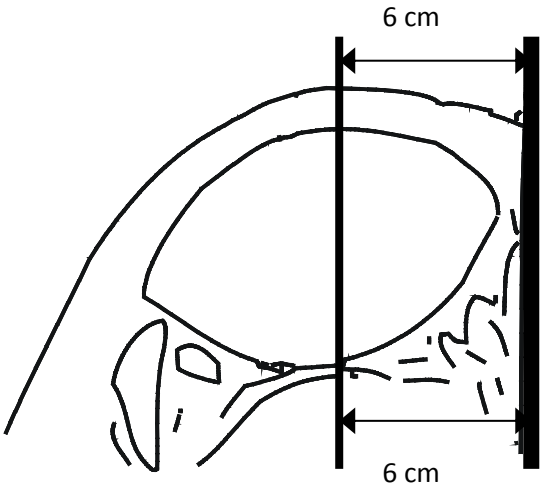
Na *Platformę Żywnościową* dopuszcza się tusze wieprzowe w klasach mięsności S i E, ocenianych według systemu SEUROP, obowiązującego w krajach Unii Europejskiej. System ten został zapoczątkowany w 1984 r. i wiąże się z wydaniem Rozporządzenia Rady (EWG) nr 3220/84. W ostatnich zaktualizowanych i scalonych dokumentach określono szczegółowe zasady stosowania klasyfikacji SEUROP tusz podstawowych gatunków zwierząt rzeźnych (Rozporządzenie Rady (WE) nr 1234/2007, Rozporządzenie Komisji (WE) nr 1249/2008).

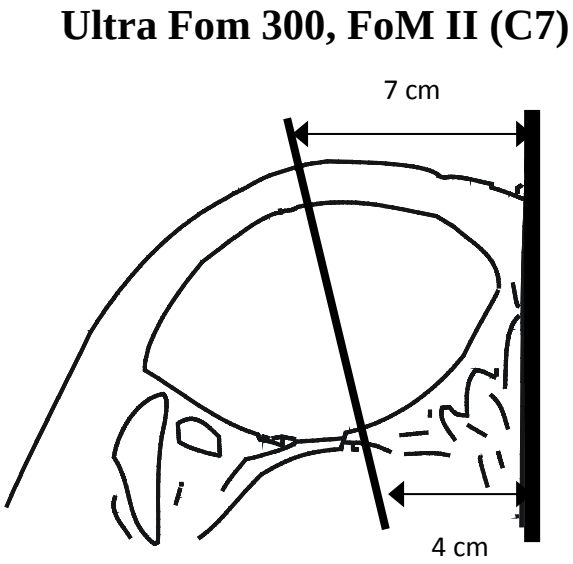
Wg przepisów UE tusza wieprzowa jest ciałem ubitego tucznika, poddanym wykrwawieniu i wytrzewieniu, w całości i/lub podzielonym na półtusze wzdłuż linii środkowej, bez języka, szczeciny, racic, narządów rodnych, sadła, nerek i przepony. Tusze wieprzowe dzieli się na następujące klasy: klasa S o mięsności ≥ 60%, klasa E o mięsności 55 do < 60%, klasa U o mięsności 50 do <55%, klasa R o mięsności 45 do < 50%, klasa O o mięsności 40 do < 45%, klasa P o mięsności < 40%.

Zawartość mięsa w tuszy, zwana mięsnością, określana jest jako stosunek procentowy masy mięśni poprzecznie prążkowanych do masy tuszy. Mięsność szacuje się w Polsce czterema różnymi aparatami elektronicznymi, zwanymi także choirometrami, tj. CGM i IM-03 (optyczno-igłowe) oraz Ultra-Fom 300 i Auto-Fom III (ultradzwiękowe) lub metodą dwupunktową ZP. Pierwsze trzy

z nich są urządzeniami ręcznymi, szacującymi mięsność na podstawie pomiaru grubości słoniny i mięśnia najdłuższego grzbietu w punkcie C6 i C7, zlokalizowanych na wysokości ostatniego żebra lub między 3 a 4 kręgiem piersiowym, licząc kręgi od końca, w odległości 6 cm (C6) lub 7 (C7) od linii przecięcia tuszy na półtusze (Rys. V.1).







Rys. V.1 Miejsca pomiarów grubości słoniny i mięśnia najdłuższego grzbietu podczas aparaturowej oceny mięsności

Pomiary te wykorzystuje się w równaniach regresji do oceny zawartości mięsa w tuszy, które zostały opracowane przez stronę polską i zatwierdzone dwoma decyzjami Komisji Wspólnot Europejskich: 2005/240/WE oraz 2005/683/WE. W pierwszej z tych Decyzji zatwierdzone jest również równanie regresji dla urządzenia automatycznego Auto-Fom III, przy pomocy którego zawartość chudego mięsa oblicza się na podstawie 55 punktów pomiarowych grubości słoniny i mięśnia najdłuższego grzbietu, położonych na całej jego długości. Dla ubojni o wydajności ubojowej do 40 szt/h dopuszcza się stosowanie dwupunktowej metody ZP, w której mierzy się ręcznie szablonem grubość słoniny nad środkiem mięśnia pośladkowego średniego oraz grubość warstwy mięśni na początku tego mięśnia i odczytuje mięsność z szablonu. Tusza musi być zważona i sklasyfikowana nie później niż 45 min po operacji kłucia. Zgodnie z ww. Decyzjami masa poubojowa tusz powinna mieścić się w przedziale 60 – 120 kg. Tusze znakuje się wielką litera określającą klasę lub procentową zawartość mięsa. Wysokość litery lub cyfry musi wynosić co najmniej 2 cm. Półtusze znakuje się tuszem na skórze tylnej golonki lub szynki.

Obowiązujące aktualnie równania regresji, szacujące zawartość mięsa w tuszy, mają dla ręcznych choirometrów następującą postać:

- dla CGM

  $Y=50,11930 – 0,62421x_1 + 0,26979x_2$
- dla Ultra Fom – 300

  $Y=49,88792 – 0,41858\ T1 – 0,22302\ T2 + 0,16050M1 + 0,11181M2$
- dla IM-03

  $Y=45,07537 – 052724x_1 + 0,31380x_2$

  gdzie:

x_1 – grubość słoniny ze skórą w mm mierzona 6 cm od linii środkowej tuszy pomiędzy trzecim i czwartym żebrem od końca,

x_2 – grubość mięśnia w mm, zmierzona w tym samym czasie i w tym samym miejscu co x_1

T1 – grubość słoniny ze skórą w mm zmierzona 7 cm od linii środkowej tuszy na wysokości ostatniego żebra,

T2 – grubość słoniny ze skórą w mm zmierzona 7 cm od linii środkowej tuszy pomiędzy trzecim i czwartym żebrem od końca,

M1 – grubość mięśnia w mm, zmierzona w tym samym czasie i w tym samym miejscu co T1,
M2 – grubość mięśnia w mm, zmierzona w tym samym czasie i w tym samym miejscu co T2.

Artykuł 20 Rozporządzenia Komisji (WE) Nr 1249/2008 jednoznacznie określa, że wspólnotowy system klasyfikacji tusz SEUROP stosowany jest w celu zapewnienia godziwej zapłaty producentom na podstawie oceny mięsności tuczników i masy tusz. Klasyfikacji podlegają wszystkie tuczniki spełniające wymagania masy poubojowej. W drodze odstępstwa państwa członkowskie mogą zdecydować, że stosowanie klasyfikacji nie jest obowiązkowe w rzeźniach, których średnioroczne uboje tygodniowe nie przekraczają 200 świń, a także w rzeźniach dokonujących wyłącznie uboju świń urodzonych i tuczonych we własnych tuczarniach oraz dokonujących rozbioru wszystkich uzyskanych tusz.

Wg techniki pomiaru urządzenia do oceny mięsności można sklasyfikować następująco [Borzuta 1998]:

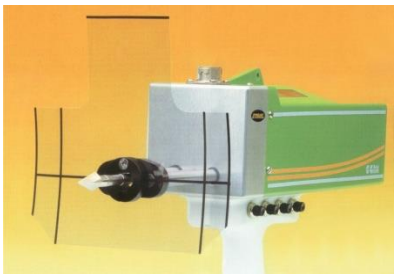
- urządzenia ultradzwiękowe – Auto-Fom, Ultra Fom, CSB Ultra Meater, Ultrasonic Scanner GE Logiq 200 pro,
- urządzenia optyczno-igłowe – Fat-o-Meater, Hennessy HGP, PG – 200, Uni-Fom, Classification Center, Cgm, Optical Probe, tj. Intraskop,
- linijka – ZP,
- urządzenia elektromagnetyczne – urzadzenia amerykańskie TOBEC, gmSCAN,
- urządzenia wizyjne – CSB-Image-Meater, VCS 2000, Optiscan-TP,
- urządzenia wizyjne 3D – MEAT 3D, ESTIMEAT.

W 2018 r. 23 państwa UE posiadały decyzje Komisji o dopuszczaniu do klasyfikacji 24 różnych urządzeń klasyfikacyjnych, a wśród nich aparatu HGP w 17 państwach, Fat-o-Meater w 19 państwach, Auto-Fom w 16 państwach, Ultra Fom w 10 państwach, CSB-Image Meater w 8 państwach, intraskop w 7 państwach, liniały ZP w 12 państwach, CGM w 4 państwach, VCS 2000 w 3 państwach, IM-03 w 3 państwach, PG-200 w 2 państwach, CSB Ultra Meater w 2 państwach i po jednym państwie takie urządzenia jak:, Classification Center, Optiscan, Mark II Ulster Probe [Źródło: Wykaz urządzeń…]. W większości państw używa się w przemyśle mięsnym 1 – 3 urządzeń, ale są takie państwa, w których dopuszczono do stosowania 8 urządzeń (Belgia, Francja), 7 Polska) czy 6 (Czechy, Hiszpania). W Polsce w praktyce stosuje się w rzeźniach 5 urzą-

dzeń ręcznych i jedno automatyczne (Rys. V.2). Jak wynika z przedstawionej statystyki najpowszechniejszymi urządzeniami klasyfikacyjnymi w przemyśle są aparaty optyczno-igłowe HGP i Fat-o-Meater oraz aparaty ultradźwiękowe Ultra-Fom i Auto-Fom.

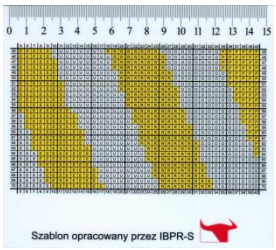
IM-03

UltraFom 300



CGM

Fat-o-Meater II



ZP

AutoFom III

Rys. V.2 Urządzenia do oceny mięsności stosowane w Polsce

Wprowadzenie na szeroką skalę aparaturowej klasyfikacji tusz wieprzowych w systemie SEUROP oraz zapłaty za dostarczony żywiec wg kryterium zawartości mięsa w tuszy przyczyniło się do znacznego postępu w mięsnym kierunku użytkowania świń. Postęp ten jest szczególnie widoczny w surowcu krajowym. Od 1995 r. mięsność tuczników krajowych wzrosła średnio z niskiego poziomu 44% do 58% w 2018r. [Monitoring MRiRW].

Klasyfikacji tusz wieprzowych dokonują klasyfikatorzy. Według przepisów Unii Europejskiej klasyfikacja powinna być prowadzona przez wykwalifikowanych i licencjonowanych specjalistów, a szczegóły dotyczące ich szkolenia pozostają w kompetencji krajów członkowskich. W Polsce ogólne warunki wydawania uprawnień oraz wpisu do rejestru rzeczoznawców podaje Ustawa o jakości

handlowej artykułów rolno-spożywczych z dn. 21.12.2000r. [Dz.U.nr 5/2001, poz. 4.4], z nowelizacją z dn. 18.12.2003 [Dz.U. nr. 223, poz. 2220] oraz Rozporządzenie MR i RW z dn.5.02.2003r. w sprawie nabywania uprawnień do wykonywania niektórych czynności, związanych z oceną jakości handlowej artykułów rolno-spożywczych oraz dokumentowania tych czynności [Dz.U, nr 35, poz. 300].

Warunkiem wpisu do rejestru rzeczoznawców jest posiadanie wiedzy praktycznej i teoretycznej z zakresu zasad klasyfikacji, potwierdzone co 3 lata zdaniem egzaminu przed komisją klasyfikacyjną, powołaną przez Głównego Inspektora Inspekcji Jakości Handlowej Artykułów Rolno-Spożywczych. IJHARS jako jednostka odpowiedzialna za szkolenie rzeczoznawców organizuje wspólnie z Instytutem Biotechnologii Przemysłu Rolno-Spożywczego w Poznaniu szkolenia teoretyczne i praktyczne kandydatów na klasyfikatorów oraz egzamin kwalifikacyjne kandydatów na rzeczoznawców. Najkorzystniejszą formą organizacyjną jest jednak klasyfikacja prowadzona przez niezależne służby klasyfikacyjne, która zatrudnia klasyfikatorów. Eliminuje się tu ewentualny wpływ zakładów ubojowych na wyniki klasyfikacji, w tym przede wszystkim na ustalenie masy poubojowej tusz służącej za podstawę rozliczenia z producentem żywca. *Platforma Żywnościowa* powinna preferować taką formę klasyfikacji i przyczynić się do szerszego jej upowszechnienia.

Na Platformę Żywnościową nie dopuszcza się tusz z wadami jakości mięsa typu PSE (mięso wodniste) i DFD (mięso ciemne, mniej trwałe) oraz mięso kwaśne, które zostały szczegółowo opisane w książce: Mięso Podstawy Nauki i Technologii pod red. prof. A. Pisuli i E. Pospiecha.

Mięso wodniste

Najwcześniej rozpoznaną wadą mięsa jest jego wodnistość, oznaczana skrótem PSE. Ta wada mięsa kojarzona jest ze zwiększoną podatnością świń na stres. W latach 70 minionego stulecia tę podatność rozpoznawano za pomocą testu halotanowego, którego wiarygodność była podważana i często nieakceptowana. W 1991 r. wskazano na mutację punktową w genie receptora rianodyny (RYR1) jako na przyczynę wady PSE i powiązanie jej z hipertermią złośliwą występującą w przypadku syndromu stresowego. Było to pierwsze rozpoznanie wady mięsa, wskazujące na możliwość selekcji świń na podstawie testu gene-

tycznego w celu eliminacji tej wady. Mutacja w tym genie jest związana z nieprawidłowościami w funkcjonowaniu kanału wapniowego retikulum sarkoplazmatycznego mięśni szkieletowych. Polega na zakłóceniu w przemieszczaniu się jonów Ca^{2+} z i do retikulum sarkoplazmatycznego. Występujące po uboju przyspieszenie ich sekrecji sprzyja zwiększeniu szybkości glikolizy i powstawaniu wady wodnistości. Konsekwencją przyspieszonej glikolizy jest szybkie zmniejszenie się zawartości związków energetycznych w mięśniach, w tym przede wszystkim ATP i glikogenu, i następnie gwałtowne zakwaszenie, jako konsekwencja przebiegu beztlenowych przemian cukrowców. Szybkie zakwaszenie tkanki mięśniowej bezpośrednio po uboju, gdy temperatura tuszy jest jeszcze wysoka (nawet powyżej 40°C) sprawia, że białka mięśniowe ulegają denaturacji. Podlegają jej zarówno białka miofibryli, w tym szczególnie miozyna, jak i białka sarkoplazmy. Denaturacja białek połączona z ich wytrącaniem, szczególnie białek sarkoplazmy na miofybrylach, prowadzi do zmniejszenia wodochłonności mięsa i rozjaśnienia barwy, która szybko szarzeje. Jest to konsekwencja przejścia mioglobiny, przez oksymioglobinę do metioglobiny. Denaturacja białek sprawia, że zwiększa się ilość wody wolnej w tkance i przewodnictwo elektryczne mięśni. Pomiary zakwaszenia i przewodności elektrycznej mięsa są wykorzystywane do identyfikacji tej wady. Dla wprawnego klasyfikatora odróżnienie mięsa wodnidtego (PSE) od normalnego (RFN) i ciemnego (DFD) po wyglądzie, tj. po barwie, nie stanowi dużego problemu.

Mutacja w genie RYR1 występuje na 6 chromosomie w pozycji 1843 łańcucha DNA i polega na zastąpieniu w nukleotydach zasady pirymidynowej cytozyny (C) tyminą (T). W wyniku tej zmiany występują dwa allele (występowanie w tym samym miejscu kilku różnych sekwencji DNA stanowiących oddzielny wariant). Allel C jest dominujący , a allel T jest recesywny i odpowiada za nadwrażliwość na stres. Istnienie dwóch alleli sprawia, że mogą występować dwie homozygoty: CC lub TT, oraz heterozygota CT. Pierwsza z homozygot związana jest z dobrą jakością mięsa, druga z wodnistością. W przypadku heterozygoty cechy wodnistości, przynajmniej z punktu widzenia teorii, będą występować w połowie populacji. Należy bowiem mieć na uwadze, że wodnistość związana z przyspieszoną poubojową glikolizą i stresem może zostać wywołana również złymi warunkami środowiska. Stąd też zarówno w przypadku heterozygot, jak i homozygot można uzyskać mięso RFN lub PSE. Końcowy efekt jest bowiem

wynikiem wielu oddziaływań , w których genetyka i środowisko wzajemnie na siebie oddziałują.

Gen RYR1 ma charakter plejotropowy, tzn. jednocześnie oddziałuje na kilka cech użytkowych. Wywiera on korzystany wpływ na rozwój tkanki mięśniowej i zawartość mięsa w tuszy. Stąd też nazywany jest również genem mięsności. Ponadto jednak zwiększa on podatność na stres i wywołuje wodnistość. Obok negatywnego oddziaływania na cechy jakości mięsa (powstawanie wady PSE) oraz na jego przydatność technologiczną i konsumpcyjną , gen ten pogarsza również wyniki użytkowości rozpłodowej. Stwierdza się go najczęściej u świń rasy *pietrain*, aczkolwiek prowadzony postęp hodowlany u świń tej rasy spowodował znaczne ograniczenie występowania tego genu.

Mięso kwaśne

Mięso kwaśne charakteryzuje się przede wszystkim bardzo dużymi ubytkami masy podczas obróbki cieplnej. Z reguły jest to mięso bardziej kruche w porównaniu do mięsa normalnej jakości. Ponadto, jego barwa nie zawsze jest jednorodna, często wyraźnie jaśniejsza od mięsa normalnej jakości. Gdy bezpośrednio po uboju niemożliwe jest wykonanie obiektywnych pomiarów pH i przewodności elektrycznej, mięso kwaśne jest często klasyfikowane jako PSE.

Szybkość glikolitycznych przemian w mięśniach skutkująca mięsem kwaśnym jest wolniejsza niż w przypadku mięsa PSE, ale większa niż w mięsie RFN. Wartość pH w zakresie 5,8 – 6,0 osiągana jest po ok. 2 – 3 godzinach od momentu uboju. Najistotniejsze jest jednak to, że końcowe zakwaszenie takiego mięsa jest bardzo duże, głębokie, najczęściej, niemal z reguły, znajduje się w pobliżu wartości pH 5,4, a nawet niższej i przyjęto je (pH) uznawać za główną przyczynę dużych wycieków soków tkankowych. Odróżnienie mięsa kwaśnego od normalnego i wodnistego nie jest jednak łatwe. Najdokładniejsze jest oznaczenie potencjału glikolitycznego (PG), które jednak nie jest testem ani łatwym, ani szybkim. Wartość PG, powyżej 130 – 150 µmol/g wskazuje na kwaśne mięso, choć pewniejszym jest, gdy wartość potencjału wynosi powyżej 200 µmol/g. Wartość PG powyżej 130 – 150 µmol/g oznacza się także w mięśniach świń obciążonych genem podatności na stres. Ponieważ oznaczenie PG jest bardzo pracochłonne, stąd dla praktyki, przy identyfikacji wad mięsa, proponuje się stosować metody kojarzące najczęściej pomiary wartości pH i przewodności elek-

trycznej (PE). Żadna z dostępnych szybkich metod klasyfikacji jakości mięsa nie stosuje pomiarów PG.

Uważa się że, wystąpienie objawów mięsa kwaśnego związane jest z genem RN^-. Hipoteza jego istnienia jest wynikiem francuskich badań, które wykryły ten gen na podstawie wyników analiz segregacji. Mutacja odpowiadająca fenotypowi RN^- jest typowa dla świń rasy Hampshire i mieszańców z tą rasą. Określenie oddziaływania tego genu w sposób pewny jest dokonywane nie na podstawie określonej mutacji DNA, ale fenotypowo, czyli (jak wskazano powyżej) na podstawie wielkości PG mięsa. Jest on bardzo wysoki w przypadku mięsa świń obciążonych tym genem.

Gen odpowiedzialny za powstawanie mięsa kwaśnego próbowano zidentyfikować już wielokrotnie. Najbliżej identyfikacji było odkrycie mutacji w genie PRKAG3 kodującym podjednostkę y3 kinazy białkowej aktywowanej przez AMP (AMPK). Inaktywuje ona syntezę glikogenu, spełniającą kluczową rolę w enzymatycznej regulacji syntezy glikogenu. Mutacja znajduje się na 15 chromosomie i polega na podstawieniu w kodonie 200 guaniny przez adeninę. Identyfikacja w locus PRKAG3 dotyczy trzech alleli: rn^+, RN^-, i rn^*. W przypadku pierwszego z tych alleli walina jest zastąpiona przez argininę (199V-200R) i to zastąpienie oznacza się skrótowo 200E. Przy drugim – walina zastępuje kwas glutaminowy (199V-200Q; 200Q), a w ostatnim z nich izoleucytyna zastępuje argininę (199I-200R; I199V). W przypadku świń wolnych od genu mięsa kwaśnego występuje allel rn^+ (200R). Takie mięso cechuje się normalną jakością. Obecność allelu rn* w genotypie świń jest związana z mniejszą zawartością glikogenu, niższym potencjałem glikolitycznym oraz wyższym pH polędwicy i szynk, niż ma to miejsce w przypadku nosicieli allelu rn^+. Allel rn* stwierdzono zarówno u świń ras Hampshire, jak i large white, landrace, bergshire, duroc i u dzika. Najważniejsze cechy mięsa ww. genotypów przedstawiono w tabeli V.1.

Zakłada się również, że cechy mięsa kwaśnego mogą wynikać nie z pojedynczej mutacji 200Q, ale być efektem oddziaływania zespolonego, tzw. haplotypu (kombinacji alleli). Jak dotąd nie udało się jednak wskazać ani na określaną mutację, ani na haplotyp odpowiadający wyłącznie za cechy mięsa kwaśnego. Okazało się również, że nie wszystkie przypadki związane z dużym wyciekiem należy wiązać z występowaniem mięsa kwaśnego.

Tabela V.1. Zróżnicowanie właściwości mięśnia najdłuższego grzbietu świń o różnym genotypie RN (Mięso – Podstawy Nauki i Technologii pod red. Pisuli A. i Pospiecha E., Wydaw. SGGW Warszawa 2011).

Cechy	Genotypy				
	RN^-RN^-	RN^-rn^+	RN^-rn^*	rn^+rn^+	rn^+rn^*
pH_{48}	$5,35^a$	$5,35^a$	$5,35^a$	$5,38^{ab}$	$5,45^b$
Glikogen (µmol/g)	$297,0^{ac}$	$310,8^a$	$243,6^c$	$80,0^b$	$68,4^b$
Białko (%)	$21,0^a$	$21,6^a$	$21,4^a$	$22,9^b$	$22,7^b$
Woda (%)	$76,4^a$	$76,0^a$	$76,4^a$	$75,3^b$	$75,3^b$
Siła cięcia (N/cm^2)	$65,3^{ab}$	$61,1^a$	$67,2^{ab}$	$77,6^b$	$75,8^b$
Wyciek cieplny(%)	$30,7^a$	$30,2^a$	$30,6^a$	$26,2^b$	$26,25^b$

Wartości średnie oznaczone różnymi literami różnią się istotnie statystycznie (P≤0,05).

Mięso charakteryzujące się wysokim potencjałem glikolitycznym można stwierdzić również u świń nie będących mieszańcami z rasą *Hampshire*, np. u rasy *landrace*, jak i u jej mieszańców z rasami *yorkshire* i *duroc*, choć zjawisko to spotyka się rzadko. Ponadto, zwiększony wyciek stwierdza się nie tylko, gdy wartość PG wynosi powyżej 130 µmol/g, ale również wówczas , gdy wielkość ta jest mniejsza.

Mięso ciemne, typu DFD

DFD jest rzadko spotykaną wadą mięsa świń (najczęściej występuje u świń zmęczonych długim transportem), jest ona natomiast typowa dla mięsa bydła. Cechuje ją ciemna barwa, bardzo duża wodochłonność i lepkość, szczególnie bezpośrednio po uboju.

Duża lepkość mięsa DFD znajduje odzwierciedlenie w określeniu tego mięsa w literaturze niemieckiej jako mięso lepiące się („leimiges Fleisch”). Ma ono bardzo wysokie pH (zwykle powyżej 6,0), utrzymujące się na tym poziomie od momentu uboju przez cały okres przechowywania. Charakteryzuje je niezwykle duża wodochłonność. Z przetwórczego punktu widzenia, szczególnie w odniesieniu do wytwarzania drobno rozdrobnionych (emulgowanych) kiełbas parzonych, jest to wysoce korzystne i cenione. Mięso DFD jest jednak bardzo podatne na rozkład gnilny pochodzenia mikrobiologicznego, co uważane jest za

główną wadę tego mięsa, eliminującą je jako surowiec kulinarny. Mimo że skrót DFD zawiera określenie „twarde", to odnosi się ono głównie do odczucia przy dotyku surowego mięsa. Mięso to po obróbce cieplnej (smażeniu, gotowaniu, duszeniu, pieczeniu) jest natomiast bardzo kruche. Satysfakcjonująca kruchość jest prawdopodobnie pochodną dużej aktywności kalpain przy wysokim pH mięsa, które powodują zaawansowaną degradację jego struktur tkankowych. Ponadto, z uwagi na bardzo wysokie pH, turgor włókien mięśniowych jest bardzo duży, sprzyjając kruchości mięsa DFD.

Podstawową przyczyną powstawania mięsa DFD jest nieprawidłowe, nierzadko niehumanitarne, traktowanie zwierząt przed ubojem, długotrwały stres oraz nadmiernie długa głodówka. Występuje w mięsie uzyskiwanym od zwierząt transportowanych w niekorzystnych warunkach (długi dystans, upał, nieodpowiedzialna „brawurowa" jazda, wymieszanie zwierząt z różnych stad). Humanitarne traktowanie zwierząt przed ubojem, tj. zachowanie ich drobrostanu, zarówno podczas załadunku jak i wyładunku ze środków transportu, w czasie przewożenia do rzeźni jak i przedubojowego magazynowania eliminuje lub istotnie ogranicza powstawanie tego odchylenia jakości mięsa.

Czynniki powodujące wady mięsa

Przyczyny najczęściej występujących wad mięsa dzieli się na przed i poubojowe. Do przedubojowych zalicza się genetyczne i środowiskowe. Czynniki genetyczne związane są głównie z występowaniem różnego rodzaju mutacji, w tym w genach: RYR1, RN^{-}, PRKAG3, kalpastatyny, HFABP (gen tłuszczu śródmięśniowego), miogeniny i miostatyny, a także w mutacjach związanych ze szlakiem glikolizy (np. PKM2 – gen kinazy pirogronianowej) oraz transportu określonych metabolitów (np. GLUTA4 – gen związany z transportem glukozy).
Wstępowanie wadliwości mięsa jest gatunkowo zróżnicowane. Przyczyna tkwi głównie w metabolizmie włókien mięśniowych. U bydła dominują mięśnie o tlenowym metabolizmie, a u świń o metabolizmie beztlenowym. Stąd w mięsie świń typowymi są wady związane z poubojową, szybką, beztlenową glikolizą, skutkującą mięsem PSE, a dla wołowiny – mięsem DFD.

Oddziaływanie czynników środowiskowych jest wielokierunkowe i uwarunkowane m.in. przez rodzaj, ilość i jakość skarmianej paszy oraz przez warunki chowu i tuczu zwierząt. Ilość podawanej paszy jest pochodną wieku i genoty-

pu a znacząco ważnymi czynnikami są zawartość w niej białka i energii. Zwykle wraz ze zwiększającym się wiekiem zwierząt, zapotrzebowanie na ww. składniki ulega zmianie, podobnie jak zmienia się metabolizm zwierząt. W wyniku tego może nastąpić zwiększenie podatności na stres i częstości wystąpienia wad mięsa. W tuszach świń o większej masie zwykle rzadziej stwierdza się wady, co prawdopodobnie jest skutkiem ich większej adaptacji do środowiska. Szczególne oddziaływanie środowiska jest pochodną warunków chowu i tuczu żywca rzeźnego. Mięso uzyskiwane od świń chowanych na otwartych przestrzeniach, w pobliżu łąk i pastwisk, gdzie większość pożywienia zdobywają one same, odznacza się specyficznymi cechami organoleptycznymi, doskonale uwypuklonymi przy przerobie na wyroby surowe, peklowane. Technologia ta jest praktykowana w fermach świń iberyjskich. Inny efekt uzyskiwano stosując tucz świń metodą „ tropik". Mięso z nich uzyskiwane było bardzo jasne, co było skutkiem bardzo dużego udziału w paszy produktów pochodnych mleka. Odchyleniom barwy towarzyszyła często wodnistość mięsa. Prawdopodobnymi przyczynami gorszej jakości mięsa były niestandardowe warunki tuczu świń, ograniczające ich przemieszczanie się, oraz wysoka temperatura i wilgotność w chlewni.

Większą częstość występowania wad mięsa stwierdza się wówczas gdy obrót żywcem odbywa się w zmiennych lub ekstremalnych warunkach temperatury (szczególnie niebezpieczna jest wysoka temperatura otoczenia), a także , gdy zwierzęta są transportowane na duże odległości, co wiąże się z nadmiernym wygłodzeniem zwierząt przed ubojem. Powyższe nie dotyczy standardowej głodówki przedubojowej, która ma zapewnić lepsze warunki wykonywania czynności ubojowych, w tym szczególnie związanych z wytrzewianiem tusz. Wyniki badań sugerują także, ze głodówka przedubojowa zmniejsza przepuszczalność membran komórkowych, czyniąc mięso bardziej opornym na rozkład gnilny. Głodówka przedubojowa w istotnym stopniu związana jest z organizacją skupu zwierząt i ich transportem do rzeźni oraz czasem odpoczynku przedubojowego.

Niekiedy rozważa się, które z ww. czynników są ważniejsze: genetyczne czy środowiskowe. Dotychczasowe obserwacje wskazują, że w okolicznościach, w których postęp w doskonaleniu hodowli żywca nie jest na odpowiednio wysokim poziomie, rola czynnika genetycznego jest bardzo duża. Dobór odpowiednich ras, linii hodowlanych czy ostatecznie określonych genotypów do produkcji żywca rzeźnego jest podstawowym czynnikiem decydującym o efek-

tywności produkcji zwierzęcej. Jeśli jednak selekcja hodowlana jest już na bardzo wysokim poziomie, to dalszy postęp w produkcji zwierząt należy wiązać z doskonaleniem oddziaływania czynników środowiskowych.

3. Metody badania jakości

4. Metody próbobrania

Mimo tego, że są znane i stosowane liczne metody umożliwiające identyfikację wad mięsa, to ciągle są opracowywane i udostępniane nowe – szybsze, precyzyjniejsze i pewniejsze, w tym przede wszystkim umożliwiające identyfikację wad w warunkach przemysłowych. Najdoskonalszym rozwiązaniem byłoby uzyskanie informacji dotyczącej jakości mięsa w momencie pomiaru mięsności, czyli ok. 30 minut po uboju, co nadal jeszcze nie jest możliwe w odniesieniu do całej tuszy. Można jednak takie badania prowadzić stosując ocenę wybranych mięśni, szczególnie tych ważnych z punktu widzenia ekonomicznego i użytkowego.

Współcześnie najczęściej stosowanymi metodami identyfikacji wad mięsa, przede wszystkim proponowanymi dla praktyki przemysłowej, są pomiary:

- wartości pH,
- przewodności elektrycznej (PE),
- barwy, w tym szczególnie jasności barwy.

Najczęściej stosuje się pomiary wartości pH i PE. W Polsce już pod koniec lat 60. ubiegłego wieku zaproponowano klasyfikację jakości mięsa ukierunkowaną na najważniejsze wówczas jego wady, tj. na mięso PSE i DFD. Wyróżniono również mięso częściowo wodniste, dążąc do możliwie najprecyzyjniejszej klasyfikacji jakości mięsa po uboju, a przez to również do kształtowania jego jakości. Stwierdzenie w połowie lat 80 występowania mięsa kwaśnego utrudniło rozpoznawanie wad. Nadal brak jest szybkiej metody precyzyjnej identyfikacji kwaśnego mięsa. Istniejące systemy klasyfikacji jakościowej mięsa sugerują, że precyzyjna identyfikacja wad mięsa wymaga przeprowadzenia oceny w dwóch terminach po uboju. Najlepiej, gdy dokonuje się pomiaru w krótkim czasie po uboju (np. po 45 minutach) oraz po wychłodzeniu tusz (zwykle po ok. 16 – 48 godzinach od momentu uboju). Mierzenie w dwóch terminach umożliwia wyeliminowanie mięsa PSE przez pomiar wartości pH określanej jako pH_1 (standardem jest pomiar 45 minut po uboju), a następnie po 24 godzinach (pH_2), po

których możliwe jest wyeliminowanie pozostałych wad. Te pomiary potwierdzą uzyskane wcześniej wyniki odnośnie do klasyfikacji mięsa PSE, a ponadto pozwolą na wydzielenie mięsa DFD oraz mięsa charakteryzującego się dużym wyciekiem, które może być mięsem kwaśnym związanym z fenotypem RN^- lub ewentualnie innego pochodzenia. Pomocniczą funkcję w tej klasyfikacji spełnia pomiar przewodności elektrycznej, którego wykonanie nie jest czaso- i pracochłonne. Przykładowa klasyfikacja jakości mięsa świń, uwzględniająca najczęstsze wady i oparta na pomiarach pH i przewodności elektrycznej, zawarta jest w tabeli V.2.

Tabela V.2. Ocena jakości mięsa świń na podstawie pomiaru pH i przewodności elektrycznej (PE) (Mięso – Podstawy Nauki i Technologii pod red. Pisuli A i Pospiech E. Wydawn. SGGW, 2011)

Kryterium oceny	Grupy jakościowe mięsa			
	RFN Mięso normalnej jakości	PSE Mięso wodniste	DFD Mięso ciemne	ASE Mięso kwaśne
pH_1	> 5,8	≤ 5,8	*	**
pH_2	> 5,5 (niekiedy może być nieco niższe)	≤ 5,5 Niekiedy może być nieco wyższe)	≥ 6,0***	≤ 5,5 (rzadko może być nieco wyższe)
PE1 (mS/cm) (ok. 1,5 godziny po uboju)	< 8	≥ 8	< 4 (zwykle niższe)	< 8
PE2 (mS/cm) (po wychłodzeniu tusz – ok.24 godziny po uboju)	< 8	≥ 8	< 4 (zwykle niższe)	≥ 8

nie definiuje się jako wartość kryterialną,, ale zwykle jest powyżej 6,0; nie definiuje się jako wartość kryterialną, ale zwykle jest > 5,8, między 5,9 a 6,3;*** niekiedy proponowane są wyższe wartości.

5. Wyposażenie niezbędne do oceny jakości półtusz wieprzowych w laboratorium przy magazynie

Ocenę jakości półtusz należy dokonać przy pomocy pomiaru przewodności elektrycznej (PE) nie wcześniej niż 24h po uboju. Do pomiaru PE niezbędny

jest konduktometr. Pomiary wykonuje się w części lędźwiowej schabu w mięśniu najdłuższym grzbietu. Wykryte wady jakości mięśnia dyskwalifikują całą półtuszę z *Platformy Żywnościowej*. Ocenę klas mięsności należy wykonać jednym z w/w choirometrów, z których jeden powinien być na wyposażeniu zakładu ubojowego.

6. Opakowanie

Półtusze wieprzowe nie podlegają pakowaniu lecz są przekazywane do obrotu i handlu na wisząco na torach kolejki podwieszanej samochodu – chłodni.

7. Znakowanie

Każda półtusza musi być oznakowana znakami weterynaryjnymi w postaci zwilżonej tuszem pieczęci na jej zewnętrznej powierzchni w miejscach zgodnych z przepisami sanitarnymi. Oprócz tego każda półtusza powinna być oznakowana pieczęcią określająca klasę mięsności SEUROP lub procentową zawartością mięsa oraz numerem producenta.

8. Warunki przechowywania

W całym cyklu obrotu i handlu półtuszami wieprzowymi powinien być zachowany łańcuch chłodniczy, w którym temperatura powietrza winna być zbliżona do 0^{o}C i nie może przekraczać 6^{o}C. Dotyczy to zarówno chłodni zakładów ubojowych, środków transportu oraz hurtowni. Temperatura w centrum szynki w żadnej fazie obrotu nie może przekraczać 7^{o}C. Temperaturę należy mierzyć w co dziesiątej tuszy.

9. Wymagania dodatkowe

Preferencje przyjęcia półtusz wieprzowych na *Platformę Żywnościową* będą miały zakłady, które wdrożyły krajowy system jakości PQS lub QAFP.

System jakości PQS (Pork Quality System).

Decyzją Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi z dnia 11 grudnia 2009 roku uznano System Jakości Wieprzowiny PQS za krajowy system jakości żywności. W tym samym czasie 27 listopada 2009 roku Polski Związek Hodowców i Pro-

ducentów Trzody Chlewnej „POLSUS" oraz Związek :Polskie Mięso uznały Spółkę COBICO jako Jednostkę Certyfikującą w zakresie kontroli i certyfikacji SYSTEMU PQS. Założenie i wymagania systemu zostały opisane w dokumencie „System Jakości Wieprzowiny PQS Pork Quality System" wydanym dnia 25 listopada 2013r. W dokumencie COBICO Biuro Certyfikacji nr KT/BC/02 podano kryteria techniczne systemu PQS dla producentów żywca wieprzowego i prosiąt (m.in. wymagania odnośnie dokumentacji hodowlanej, ras, żywienia, obrotu przedubojowego), a w dokumencie nr. KT/BC/03 kryteria techniczne systemu PQS w zakresie uboju i przetwórstwa.

W tym ostatnim dokumencie przedstawiono szczegółowe wymagania odnośnie:

- transportu i dobrostanu zwierząt w transporcie,
- magazynu żywca,
- dróg przepędowych,
- oszałamiania, kłucia i wykrwawiania,
- magazynowania poubojowego półtusz,
- rozbioru,
- pakowania i magazynowania mięsa PQS,
- transportu mięsa kulinarnego PQS,
- higieny personelu, pomieszczeń i urządzeń,
- samokontroli na zgodność z wymaganiami systemu PQS,
- badań jakości mięsa (jasności barwy, wodochłonności, zawartości tłuszczu w m. longissimus dorsi).

System jakości QAFP

System gwarantowanej Jakości Żywności QAFP (Quality Assuarance for Food Products) Został utworzony w 2013r. i skierowany jest do różnych branż. Zachowano zasadę ogólności, umożliwiającą tworzenie jednolitego, spójnego i czytelnego dla ostatecznego klienta systemu pozwalającego na wzajemne promowanie się różnych artykułów rolno-spożywczych, spełniające wymagania określone w „Części ogólnej" oraz w „Zeszytach branżowych". System zakłada otwarty katalog zeszytów branżowych, które będą powstawały w miarę rozwoju systemu QAFP i zgodnie z potrzebami rynkowymi. Jednym z tych zeszytów jest „Zeszyt Branżowy Kulinarne Mięso Wieprzowe. Wymagania produkcyjne i jakościowe", opracowany przez zespół autorów: prof. Obiedziński M.W., Pisula

A., Płonka S., Różycki M. oraz dr hab. Węglany R, mgr Czubała A., dr Florowski T. i mgr Obiedziński M.M., stanowiący własność Unii Producentów i Pracodawców Przemysłu Mięsnego (UPEMI). Dokument określa szczegółowe wymagania, jakie musi spełniać podmiot działający w obszarze hodowli, transportu i uboju świń oraz rozbioru i dystrybucji mięsa, aby zapewnił wysoki poziom produkowanego kulinarnego mięsa wieprzowego QAFP. Znak jakości QAFP nie obejmuje co prawda całych półtusz wieprzowych lecz dotyczy elementów kulinarnych, takich jak schab, szynka, karkówka i t.d., wytworzonych zgodnie z założeniami systemu QAFP i spełniających wymagania jakościowe określone w tym Systemie. Ale kryteria i wymagania stosowane w tym Systemie dotyczą także półtusz, gdyż jest to podstawowy surowiec z którego wytwarza się kulinarne mięso wieprzowe. A zatem wdrażany system QAFP powinien być pomocnym ogniwem do podnoszenia jakości towarów przekazywanych do *Platformy Żywnościowej*.

Wymagania, które muszą spełnić różne podmioty gospodarcze w celu nawiązania współpracy z przedsiębiorstwami branży mięsnej, są coraz większe również w skali globalnej. Aby je zestandaryzować opracowano międzynarodowy standard żywności IFS (International Food Standard) oraz globalną normę dotycząca bezpieczeństwa żywności BRC (British Retail Consortium Food Standard). Stanowią one standardy, służące zapewnieniu odpowiedniej jakości oraz bezpieczeństwa zdrowotnego produktów żywnościowych. Skierowane są głównie do przedsiębiorstw dostarczających produkty do sieci hipermarketów pod własną marką. Dzięki ujednoliconym wymaganiom zawartym w powyższych standartach, żywność dostarczona na rynek spełnia wymagania prawa nie tylko polskiego ale i międzynarodowego. W związku z tym, przedsiębiorstwo może sprzedawać swoje produkty także na inne rynki. Zapewnienie bezpieczeństwa i odpowiedniej jakości żywności w całym łańcuchu żywnościowym możliwe jest jedynie wówczas, gdy każdy z uczestników tego łańcucha będzie weryfikował na bieżąco zgodność funkcjonowania standardu z wymaganiami systemowymi.

Międzynarodowy Standard Żywności

System ten został szerzej opisany przez Urszulę Bolan i Milenę Sikora z Uniwersytetu Ekonomicznego w Krakowie (Bolan i Sikora 2015].

W dobie rosnącej globalizacji na rynku produktów, ciągłego wzrostu wymagań konsumentów oraz w celu sprostania wymaganiom prawnym handlowcy detaliczni i hurtowi zostali zobligowani do wzięcia na siebie większej odpo-

wiedzialności za zapewnienie odpowiedniej jakości i bezpieczeństwa żywności. W związku z tym zrzeszeni członkowie Niemieckiej Federacji Handlu Detalicznego (Hauptverband des Deutschen Einzelhandels-HDE), francuskiej Federacji Handlu Detalicznego (Fédération des Enterprises du Commerce et de la Distribution) oraz Włoskiego Związku Handlu Detalicznego CONAD, COOP i Federdistribuzione opracowali Międzynarodowy standard żywności (International Food Standard-IFS).

IFS to standard przeznaczony dla wszystkich producentów żywności i uczestników łańcucha żywnościowego, a w szczególności dla handlowców detalicznych dostarczających żywność po markami własnymi do sieci handlowych. Oznacza ujednolicenie zasad oceny, procedur audytowych oraz reguł kwalifikowania dostawców. Ma służyć jako narzędzie do okresowej, niezależnej i obiektywnej oceny dystrybutorów żywności. W ramach standardu zawarte zostały wymagania dotyczące procesu kwalifikowania dostawców, zaczynając od zweryfikowania wymagań w stosunku do nich poprzez zasady prowadzenia oceny i kompetencje audytorów, a kończąc na jednoznacznych kryteriach oceny i potwierdzeniu wdrożenia systemu certyfikatem. Przyznawany jest dla producentów zajmujących się przetwórstwem żywności oraz firm, które świadczą usługi pakowania produktów. IFS Food może być stosowany tylko wtedy, gdy produkt jest „przetworzony" lub gdy istnieje zagrożenie zanieczyszczenia produktu podczas pierwszego pakowania.

Rosnąca odpowiedzialność sieci handlowych za produkty spożywcze sprzedawane jako marki własne związana była z faktem, że według klientów sieci handlowe były producentami określonych produktów. Aby zapewnić odpowiednią jakość i bezpieczeństwo wyrobów wprowadzonych na rynek, handlowcy detaliczni i hurtowi zmuszeni byli wdrożyć odpowiednie procedury kwalifikacyjne dostawców. W związku z tym coraz większą rolę zaczął odgrywać tzw. audyt trzeciej strony, na mocy którego dostawcy kwalifikowani byli zgodnie z osiągniętymi przez nich wynikami audytów jakości i bezpieczeństwa produktu, zalecanymi przez sieci handlowe. Jednak każda z sieci handlowych określała własne wymagania dotyczące kluczowych kwestii procesu audytowania. Niejednolite wytyczne dotyczące audytów stanowiły źródło problemów dla przedsiębiorstw, które dostarczały produkty. Koszty oraz czas poświęcony na wielokrotne audyty utrudniały ich funkcjonowanie. Ponadto na dezorientację dostawców miały wpływ różnice w wymaganiach oraz poziomie audytowania.

Opracowanie standardu IFS, ujednolicenie zasad audytowania przyczyniło się do skrócenia czasu potrzebnego na przeprowadzenie wielu audytów, a także stało się rozwiązaniem dla dostawców i detalistów. Rodzina standardów IFS obejmuje m.in. IFS Food – standard, przeznaczony do audytowania przedsiębiorstw produkujących żywność oraz tych, które zajmują się pakowaniem produktów spożywczych luzem. IFS Food stosowany jest w odniesieniu do procesów przetwórstwa i obróbki, przeładunku produktów sypkich, pakowania produktów żywnościowych w opakowania pierwotne.

Najnowsza 6 wersja standardu IFS Food do audytowania jakości oraz bezpieczeństwa produktów spożywczych została opublikowana w styczniu 2012 r., a obowiązuje od 1 lipca 2012 r. Celem IFS jest:

- zapewnienie odpowiedniego poziomu bezpieczeństwa i jakości produktów spożywczych oraz ich zgodności z wymaganiami przepisów prawnych,
- opracowanie wspólnego standardu, który uwzględnia jednolity system oceniania oraz wyniki z audytu uznawane przez wszystkich uczestników w łańcuchu dostaw,
- praca z jednostkami certyfikującymi, posiadającymi akredytację, a także z wykwalifikowanymi audytorami,
- zapewnienie w całym łańcuchu dostaw przejrzystości i porównywalności,
- redukcja kosztów oraz oszczędność czasu dostawców, handlowców detalicznych i sieci handlowych.

Według wymagań IFS Food oceniani są dostawcy produktów spożywczych sprzedających swoje produkty m.in. w supermarketach oraz hipermarketach. Wszyscy dostawcy detaliczni oraz hurtowi, m.in. Aldi, Kaufland, Lidl, Auchan, Metro Group, Carrefour, Picard wymagają jego przestrzegania od swoich dostawców.

W międzynarodowym standardzie bezpieczeństwa żywności zawarte są zasady GHP, GMP, HACCP, wymagania normy ISO 9001 oraz aktów prawnych, które obowiązują w branży spożywczej. Wymagania dotyczą więc nie tylko aspektów wpływających na bezpieczeństwo zdrowotne, ale także dotyczą legalności i jakości produktów. Organizacje, które poddały się certyfikacji na zgodność ze standardami sieci handlowych, częściej charakteryzują się wyższym poziomem dojrzałości organizacyjnej, np. częściej wykorzystują metody i narzędzia zarządzania jakością niż organizacje, które wdrożyły i certyfikowały, np.

system ISO9001 lub nie poddały się wcale certyfikacji innych systemów zarządzania.

Sprawdzenie zgodności z IFS Food odbywa się poprzez ocenę wszystkich wymienionych wymagań. Rozróżnia się cztery możliwości oceny wymagań jako odstepstwa. Punkty za każde z wymagań przyznawane są zgodnie z następującą skalą:

- wynik A – pełna zgodność (20 pkt.)
- wynik B – prawie pełna zgodność, niewielkie odstępstwa (15 pkt.),
- wynik C – wdrożona drobna część wymagania (5 pkt.),
- wynik D – wymaganie nie wdrożone (-20 pkt.).

Ponadto w IFS Food zidentyfikowano dziesięć kluczowych (krytycznych) wymagań, których niespełnienie przez przedsiębiorstwo równoznaczne jest z nieprzyznaniem, zawieszeniem albo cofnięciem certyfikatu na zgodność z Międzynarodowym standardem żywności. Należą do nich: odpowiedzialność wyższego kierownictwa, systemem monitorowanie każdego CCP, higiena personelu, specyfikacje surowcowe, zgodność z recepturą, zarządzenie dotyczące ciał obcych, system identyfikalności, audyty wewnętrzne, procedura wycofania i zwrotu produktów, działania korygujące. Ocena wymagań kryteriów KO (Knoc-out-nokaut) dokonywana jest zgodnie z zasadami punktowania przedstawionymi w tabeli V.3.

Tabela V.3. Zestawienie możliwych ocen KO

Wynik	Objaśnienie	Uzyskane wyniki
A	Pełna zgodność	20
B (odstępstwo)	Prawie pełna zgodność	15
C (odstępstwo)	Wdrożona niewielka cześć wymagań	Ocena”C” nie jest możliwa do uzyskania
KO(=D)	Wymagania niewdrożone	Odjęte 50% sumy wszystkich możliwych do uzyskania punktów – uzyskanie certyfikatu jest niemożliwe

Zgodnie z wytycznymi standardu, a także w celu sprawdzenia poprawności stosowania wymagań przedsiębiorstwa są zobowiązane do przeprowadzania wewnętrznych audytów. W standardzie IFS audyt wewnętrzny definiowany jest jako niezależne działanie, które zapewnia doradztwo i poprawę funkcjonowania organizacji. Przyczynia się do osiągnięcia przez organizację określonych celów

ze względu na systematyczne zdyscyplinowane podejście do oceniania działań. Dzięki audytowi wewnętrznemu możliwa jest poprawa efektywności zarządzania rynkiem, procesami oraz działaniami kontrolnymi. Audyt służyć ma weryfikacji zgodności działań z wymaganiami standardu (tabela V.4) oraz identyfikacji kierunku doskonalenia tych działań.

Tabela V.4. Wymaganie KO IFS – audyty wewnętrzne

Punkty	Wymagania
5.1.1	Aby audyty wewnętrzne były skuteczne, należy przeprowadzić je zgodnie z określonym i uzgodnionym programem. Powinny także obejmować co najmniej wszystkie wymagania obowiązujące w standardzie IFS. Na zakres i częstotliwość przeprowadzania audytów wewnętrznych wpływ mają analiza zagrożeń oraz ocena związanego z nimi ryzyka.
5.1.2	Audyty wewnętrzne działań stanowiących obszary krytyczne dla bezpieczeństwa żywnościowego i specyfikacji wyrobów powinny być przeprowadzone przynajmniej raz w roku.
5.1.3	Audyt przeprowadzać mogą jedynie osoby kompetentne i niezależne od działu podanego audytowi.
5.1.4	Wyniki audytu powinny być przekazane najwyższemu kierownictwu i osobie, która odpowiada za dany dział. Następnie należy określić niezbędne działania korygujące wraz z odpowiednią dokumentacją (m.in. plan wdrożenia) oraz przedstawić informacje na ten temat zainteresowanym stronom.
5.1.5	Sposób i termin weryfikacji działań korygujących z audytu wewnętrznego powinien być udokumentowany.

Brak właściwej realizacji procedury audytów wewnętrznych zgodnie z wymaganiami standardu IFS może być podstawą do cofnięcia lub nieprzyznania certyfikatu przedsiębiorstwu. W wielu organizacjach najczęstszymi niezgodnościami odnotowanymi podczas audytu pierwszej strony są m.in. brak rocznego planu realizowania audytów wewnętrznych, niespełniające powyższego programu, niestaranne wykonanie protokołów z audytu, niewypełnianie kart niezgodności.

Na podstawie raportu opracowanego przez International Trade Centre szacowana liczba przedsiębiorstw certyfikowanych na zgodność z wymaganiami Międzynarodowego standardu żywności kształtuje się obecnie na poziomie ponad 11 000. Około 350 detalistów i hurtowników wspiera IFS. Audydy IFS prowadzone są w 96 krajach, a sam IFS Food dostępny jest w 20 wersjach językowych.

Popularność stosowania międzynarodowego standardu żywności wynika z faktu, że wdrożenie systemu zapewnienia bezpieczeństwa i jakości żywności bazującego na wymaganiach IFS Food wiąże się z licznymi korzyściami dla wszystkich interesariuszy. Przedsiębiorstwa, które zaimplementowały wytyczne standardu, gwarantują swoim klientom spełnienie wymagań w zakresie jakości oraz bezpieczeństwa, stawianych przez GHP, GMP, HACCP, ISO 9001, a także ustawodawcę. Dzięki zapewnieniu wyższego bezpieczeństwa żywności oraz ciągłego doskonalenia jakości i higieny produktu wzmocnione zostaje zaufanie klientów. Współcześnie posiadanie certyfikatu IFS Food umożliwia podjęcie współpracy z sieciami handlowymi i niejednokrotnie stanowi swoisty wymóg. Zmniejszenie kosztów dla dostawców, detalistów i innych podmiotów działających zgodnie z standardem wiążę się z jednolitym systemem oceny wszystkich interesariuszy oraz uniknięciem wielokrotnych audytów ze strony różnych odbiorców (w szczególności przez sieci handlowe).

Globalna norma dotycząca bezpieczeństwa żywności BRC

Brytyjskie Stowarzyszenie Detalistów (British Retail Consortium – BRC) jest największą na świecie organizacją zajmująca się opracowywaniem programów standardów dotyczących bezpieczeństwa i jakości żywności. W globalnych normach BRC znajdują się wymagania dotyczące wytwarzania produktów żywnościowych, opakowań, które są wykorzystywane do ochrony tych produktów oraz przechowywania i dystrybucji ww. dóbr. Standard ten opracowany jest z przeznaczeniem dla zakładów spożywczych dostarczających żywność do sieci handlowych pod własną marką. W ramach standardu BRC zostały zintegrowane przepisy zawarte w normach ISO serii 9000, w systemie HACCP oraz GHP/GMP, a także zostały zdefiniowane dodatkowe szczegółowe wymagania, które muszą zostać spełnione, aby zapewnić bezpieczeństwo i konieczny, powtarzalny poziom jakości wyrobu finalnego. Standardy opracowywane są w konsultacji ze specjalistami technicznymi, detalistami, producentami i jednostkami certyfikującymi z całego świata. Dzięki temu ich treść charakteryzuje praktyczne podejście do kwestii zarządzania bezpieczeństwa i jakością. Do rodziny norm BRC należą następujące standardy: Globalna norma dotycząca bezpieczeństwa żywności BRC, Globalna norma dotycząca opakowań i materiałów opakowaniowych

BRC, Globalna norma dotycząca przechowywania i dystrybucji BRC, Globalna norma dotycząca produktów konsumenckich BRC.

Standardy opisane w powyższych normach uzupełniają się i stanowią zasoby, które są wykorzystywane w trakcie audytowania i certyfikacji dostawców. Wszystkie standardy BRC stanowią dokumenty ramowe, których zadaniem jest wspieranie producentów w działaniach odnoszących się do produkcji bezpiecznych produktów oraz zarządzania jakością w sposób spełniający wymagania klientów.

Rozpoczęcie prac nad Globalną normą dotyczącą bezpieczeństwa żywności było konsekwencją problemów, które zgłaszane były przez brytyjskich producentów żywności. W szczególny sposób odnosiło się to do producentów marek własnych (Private label) dostarczających produkty do sieci handlowych, ponieważ byli oni narażeni na liczne audyty trzeciej strony, prowadzone przez odbiorców. Standard BRC został po raz pierwszy opublikowany w 1998 r. Zasadniczym celem opracowania globalnej normy było określenie kryteriów dotyczących jakości, bezpieczeństwa oraz działania producentów żywności, którzy są zobligowani do zapewnienia zgodności z wymaganiami prawnymi oraz zasadami ochrony praw konsumenckich. Ciągłe zmiany w prawie żywnościowym sprawiają, że standard był wielokrotnie aktualizowany.

Kryteria zawarte w tym standardzie są jednoznacznie i szczegółowo określone. Na podstawie tak sformułowanych wymagań można ocenić dostawcę przez uprawnionego audytora, standaryzując w ten sposób kryteria bezpieczeństwa żywności oraz monitorując procesy i procedury. Uzyskanie certyfikatu potwierdzającego zgodność z systemem BRC uwarunkowane jest spełnieniem wszystkich kryteriów zawartych w standardzie. Jeżeli producent uzyskał certyfikat zgodności z systemem BRC dla sieci handlowych, oznacza to, że dostawca pomyślnie przeszedł wnikliwą ocenę i spełnił w sposób zadowalający wszystkie wymagania zawarte w normie BRC. Standard BRC został opracowany przede wszystkim dla producentów marek własnych. Jednak sieci handlowe wykorzystują go jako wskaźnik doboru dostawców. Stosowany jest do weryfikacji wymagań w odniesieniu do produkcji żywności przetworzonej oraz przygotowania produktów podstawowych, które są sprzedawane pod marką sprzedawcy detalicznego, markowych produktów spożywczych oraz żywności będącej składnikami potraw przygotowywanych przez firmy cateringowe, w restauracjach i przez producentów żywności . Przedsiębiorstwa działające w branży spożyw-

czej powinny charakteryzować się bardzo dobrą znajomością wyrobów, które produkują, wytwarzają i dystrybuują. W swoich zakładach zobowiązane są do stosowania systemu identyfikowalności i kontroli zagrożeń, aby zapewnić bezpieczeństwo żywności. Certyfikacja na zgodność z wymaganiami Globalnej normy dotyczącej bezpieczeństwa żywności obejmuje tylko produkty wytworzone lub przygotowane w zakładzie, w którym przeprowadzono audyt. Obejmuje również pomieszczenia magazynowe bezpośrednio kontrolowane przez kierownictwo zakładu produkcyjnego.

W Globalnej normie dotyczącej bezpieczeństwa żywności określono wymagania w stosunku do następujących obszarów działalności:

- zaangażowania najwyższego kierownictwa oraz ciągłego doskonalenia – **sporządzenie skutecznego planu zapewnienia bezpieczeństwa żywności** zależy w dużej mierze od zaangażowania kierownictwa. W standardzie BRC wskazano, że jednoznaczne dowody zaangażowania personelu najwyższego szczebla są konieczne, aby przygotować odpowiednie zasady obowiązujące we wszystkich działaniach przedsiębiorstwa,
- zapewnienia bezpieczeństwa żywności poprzez wdrożenie HACCP,
- systemu zarządzania jakością i bezpieczeństwem żywności – opracowanie niezbędnej dokumentacji uwzględniającej m.in. politykę i księgę jakości,
- zakładu i środowiska produkcji – w odniesienie do standardów otoczenia zakładu produkcyjnego, zapewnienia jego bezpieczeństwa, przestrzegania zasad GHP/GMP,
- kontroli produktu – obejmująca określenie m.in. warunków kontroli oraz badań wyrobów, zasad wprowadzania nowych produktów, nadzoru nad alergenami, a także wyrobów niezgodnych,
- kontroli procesu – pomiary nadzorowanych parametrów procesów oraz zasad kontrolowania urządzeń pomiarowych ,
- personelu – szkolenia, higiena osobista, stan higieniczny pomieszczeń socjalnych.

W globalnej normie BRC wyszczególniono wymagania podstawowe, które muszą zostać spełnione, by przedsiębiorstwo uzyskało certyfikat. Do wymagań tych należą: zaangażowanie kierownictwa i ciągłe doskonalenie, plan bezpieczeństwa żywności HACCP, audyt wewnętrzny, działania korygujące i zapobie-

gawcze, identyfikowalność, układ, przepływ produktu i segregacja, utrzymanie czystości i higiena, wymagania dotyczące materiałów specjalnych, kontrola działań, szkolenia.

Jednym z podstawowych wymagań Globalnej normy dotyczącej bezpieczeństwa żywności jest prowadzenie audytów wewnętrznych.

Zgodnie z wymaganiami standardu BRC (tabela V.5) każda organizacja należąca do łańcucha żywnościowego jest zobowiązana do opracowania rocznego planu programów audytów wewnętrznych, które swoim zakresem obejmują skuteczność wdrożenia wytycznych HACCP. Audyt każdej z komórek przedsiębiorstwa (produkcyjnych, jak i technicznych) powinien odbywać się minimum raz w rok, przy czym częstotliwość jest zależna od analizy ryzyka oraz od wyników z poprzednich działań audytowych. Aby zapewnić, że zakład oraz sprzęt produkcyjny jest w odpowiednim stanie higienicznym w przedsiębiorstwie musi być (oprócz audytów wewnętrznych) opracowany i realizowany program udokumentowanych kontroli wewnętrznych sprawdzających zgodność z wymaganiami standardu BRC. Kontrole powinny być przeprowadzane minimum raz w miesiącu, z uwzględnieniem istniejących zagrożeń głównie w obszarze produkcyjnym.

Tabela V.5. Wymaganie fundamentalne BRC – audyty wewnętrzne

Punkt	Wymagania
3.4.1	Organizacja musi zaplanować program audytów wewnętrznych, obejmujących swym zakresem: wymagania systemu HACCP, programy wstępne i procedury wdrożone w celu spełnienia wymagań warunków standardu BRC. Należy ustalić zakres i częstotliwość audytów w powiązaniu z ryzykiem związanym z działalnością oraz wynikami uzyskanymi w poprzednich audytach: co najmniej raz w roku audyt musi objąć wszystkie działania.
3.4.2	Audyty wewnetrzne będą prowadzone przez odpowiednio wyszkolonych i kompetentnych audytorów niezależnych od audytowanego działu.
3.4.3	Należy w pełni wdrożyć program audytów wewnętrznych. Raporty z audytów wewnętrznych będą wskazywać zgodności i niezgodności, zaś wyniki będą przekazywane pracownikom odpowiedzialnym za działanie objęte audytem. Należy uzgodnić zakres działań korygujących i termin ich realizacji oraz zweryfikować ich wykonanie.
3.4.4	Oprócz programu audytów wewnętrznych musi istnieć program udokumentowanych kontroli sprawdzających, czy zakład i sprzęt produkcyjny są utrzymywane w stanie odpowiednim do produkcji żywności.

Audyty wewnętrzne powinny być planowane w taki sposób, aby wszystkie procesy oraz jednostki organizacyjne podporządkowane systemowi zarządzania bezpieczeństwem i jakością były audytowane minimum raz w ciągu roku kalendarzowego. Oprócz audytów planowych (uwzględnionych w rocznym planie audytów wewnętrznych) możliwe jest przeprowadzenie audytów pozaplanowych. Są one najczęściej realizowane na wniosek pełnomocnika ds. jakości po zatwierdzeniu przez kierującego zakładem.

Weryfikacja spełnienia wymagań zawartych w standardzie BRC prowadzona jest również przez audytorów zewnętrznych. W wyniku tego procesu organizacja może uzyskać certyfikat. Audytor podczas prowadzonego audytu zewnętrznego w swej ocenie może wskazać na niezgodności krytyczne, duże i małe. Stwierdzenie niespełnienia wymagań standardu na poziomie niezgodności krytycznej lub dużej zagraża zgodności wyrobu i certyfikat może zostać przyznany dopiero po udowodnieniu, że zostały wykonane działania korygujące zweryfikowane przez audytora. Natomiast zidentyfikowanie małej niezgodności, która nie ma większego wpływu na bezpieczeństwo i jakość produktu, pozwala uzyskać certyfikat po wykonaniu działań korygujących. W zależności od liczby i jakości zidentyfikowanych niezgodności przedsiębiorstwa klasyfikowane są według czterostopniowej skali:

– klasyfikacja A i B – certyfikat wydawany jest na 12 miesięcy,
– klasyfikacja C – certyfikat wydawany jest na 6 miesięcy,
– klasyfikacja D – brak możliwości otrzymania certyfikatu.

Certyfikaty wydawane na zgodność z wymaganiami BRC Food są honorowane przez wiele przedsiębiorstw branży spożywczej, sprzedawców detalicznych oraz producentów na całym świecie. Globalna norma dotycząca bezpieczeństwa żywności jest uznawana przez Globalną Inicjatywę ds. Bezpieczeństwa Żywności (Global Food Safety Initiative – GFSI). Standard BRC Food skierowany jest do tych producentów żywności, którzy współpracują z sieciami handlowymi uznającymi certyfikat BRC za własną weryfikację dostawców. Wymagają go głównie brytyjskie sieci handlowe, takie jak: Tesco, Somerfield, Marks & Spencer, Sainsbury's, Waitrose czy Morrisons.

Na podstawie raportu opracowanego przez Inernational Trade Centre szacowana liczba przedsiębiorstw certyfikowanych na zgodność z wymaganiami Globalnej norm dotyczącej bezpieczeństwa żywności kształtuje się obecnie na poziomie ponad 18500. Liczba zaś organizacji certyfikujących na zgodność

z wymaganiami tego standardu wynosi prawie 130. Audyty BRC prowadzone są w ponad 150 krajach.

Korzyści dla przedsiębiorstw związane z prowadzeniem wymagań zawartych w Globalnej normie dotyczącej bezpieczeństwa żywności to:

- szeroka uznawalność certyfikatu BRC w Polsce, Europie i na świecie,
- oszczędność czasu i pieniędzy poprzez redukcję wielokrotnych audytów ze strony różnych sieci handlowych,
- wiarygodna i niezależna ocena systemów zapewnienia bezpieczeństwa i jakości żywności,
- możliwość prezentacji swoich osiągnięć przez przedsiębiorstwa w katalogu publicznym BRC oraz używania logo w celach marketingowych,
- możliwość współpracy z sieciami handlowymi i eksportowania swoich produktów,
- samodoskonalenie jakości i bezpieczeństwa produktu realizowane w wyniku ciągłego nadzoru oraz potwierdzenia skuteczności działań korygujących niezgodności ze standardem,
- zmniejszenie ryzyka odpowiedzialności za skutki wprowadzania na rynek wyrobów zagrażających zdrowotnie konsumentom poprzez odpowiednie przygotowanie sposobu postępowania do wycofania wadliwych produktów z rynku (identyfikowalność).

Powszechna uznawalność globalnej normy BRC Food oraz liczne korzyści płynące z wdrożenia wytycznych stawianych przez ten międzynarodowy standard sprawiają, że coraz większa liczba przedsiębiorstw ubiega się o certyfikat BRC Ford.

Porównanie IFS i BRC

Międzynarodowy standard żywności IFS i Globalna norma dotycząca bezpieczeństwa żywności BRC opierają się na zasadach GHP/GMP, HACCP oraz ISO 9001. Dodatkowo wprowadzono do tych standardów wymagania, które bezpośrednio nie wynikają z powyższych systemów, m.in.,

- obowiązek uwzględnienia w analizie zagrożeń tych zagrożeń, które są związane z alergią,
- monitorowanie efektywności pracy,

- wymóg przeprowadzenia testów na etapie wprowadzania nowych produktów,
- opracowanie systemu, który pozwoli przedsiębiorstwu na uzyskanie informacji o GMO,
- wymogów stosowania wykrywaczy metali,
- opracowanie procedur na wypadek sytuacji nadzwyczajnych,
- opracowanie wykazu miejsc na terenie zakładu produkcyjnego oraz magazynu, gdzie występuje szkło i inne materiały niebezpieczne,
- opracowanie procedury kwalifikacji, zatwierdzenia oraz weryfikacji dostawców.

Oba międzynarodowe standardy służące zapewnieniu bezpieczeństwa żywności charakteryzuje bardzo precyzyjny i dokładny opis wymagań, dzięki czemu zminimalizowany jest problem niewłaściwej interpretacji wymagań, która może się wiązać z nadinterpretacją audytorów. Głównymi celami międzynarodowych standardów IFS oraz BRC są:

- zagwarantowanie bezpieczeństwa i odpowiedniej jakości produktów spożywczych,
- zgodność z wymaganiami,
- ujednolicenie systemu wymagań dla wszystkich producentów i uczestników w łańcuchu żywnościowym, którzy dostarczają swoje produkty do sieci handlowych,
- określenie przejrzystych zasad certyfikacji przedsiębiorstw będących dostawcami dla sieci handlowych,
- ujednolicenie wytycznych dotyczących kwalifikacji dostawców,
- ograniczenie liczby audytów trzeciej strony (z poszczególnych sieci handlowych).

W celu weryfikacji standardów IFS i BRC prowadzone są audyty wewnętrzne, które służą zebraniu informacji dotyczących aktualnego funkcjonowania organizacji i spełnienia wymagań zwartych w tych normach. Dane uzyskane w wyniku tego niezależnego działania umożliwiają poprawę efektywności prowadzonych procesów oraz zapewnienie odpowiedniej jakości i bezpieczeństwa produktów. Konieczność przeprowadzenia minimum raz w roku audytu każdej z komórek organizacyjnych przedsiębiorstwa (będąca wymogiem zarówno IFS jak i BRC) daje gwarancję, że funkcjonowanie organizacji jako całości jest stale weryfikowane. Poprzez odpowiednie działania korygujące i zapobiegaw-

cze w sposób ciągły doskonalone są systemy zapewnienia bezpieczeństwa i jakości, oferowane produkty oraz całe przedsiębiorstwo.

W ramach standardów prowadzone są również audyty zewnętrzne, w wyniku których oprócz weryfikacji wdrożonych wymagań, przedsiębiorstwo może uzyskać certyfikat. Jest on uznawanym na całym świecie dokumentem pozwalającym dostarczać produkty do sieci hipermarketów.

Pomimo dużego podobieństwa IFS oraz BRC brakuje wzajemnej ich uznawalności. Ze względu na to przedsiębiorstwa, które muszą spełniać wymagania obu standardów i uzyskać oba certyfikaty, muszą poddawać się audytom na zgodność z wymaganiami obu międzynarodowych standardów. Różnice pomiędzy standardami IFS i BRC zasadniczo obejmują;

- różne rynki działania,
- ocenę i sposób raportowania wyników z przeprowadzonego audytu certyfikującego: IFS – wynik przedstawiony jest jako procent spełnienia wymagań, BRC – wynik audytu uwarunkowany jest ilością i kategorią niezgodności,
- zróżnicowany czas na usunięcie zidentyfikowanych podczas audytu niezgodności: IFS – do następnego audytu (14 dni na przedstawienie planu działań korygujących), BRC – 28 dni od zakończenia procesu audytu.

Polska Organizacja Handlu i Dystrybucji, zrzeszająca funkcjonujące w Polsce międzynarodowe sieci handlowe, ustaliła że będą one uznawać zarówno standard IFS jak i BRC. Biorąc pod uwagę , że obecnie na polskim rynku dominują sieci handlowe niemieckie i francuskie, można przyjąć, że szerzej stosowany jest standard IFS.

10. REKOMENDACJE DLA POTRZEB *PLATFORMY ŻYWNOŚCIOWEJ*

1. Kryteria kwalifikowalności produktu:

Tusze wieprzowe, poddane obróbce poubojowej, bez języka, szczeciny, racic, narządów płciowych, tłuszczu okołonerkowego, nerek, przepony, ucha środkowego i oczu. Zważone na przemysłowej wadze kolejkowej z dokładnością do 100g. O temperaturze, mieszczącej się w przedziale od 0 do 7^{o}C, zmierzonej w środku geometrycznym szynki.

Minimalna wielkość partii towaru to 7 ton tusz wieprzowych w jednej klasie mięsności E lub S.

2. Minimalne wymagania jakościowe:

Tusze wieprzowe sklasyfikowane w klasach mięsności E lub S, bez wad jakościowych (przewodność < 9 ms/cm^{2}). Zaleca się prowadzenie pomiarów przez niezależną jednostkę.

Wszystkie tusze powinny się mieścić w przedziale wagowym 80 – 110 kg.

3. Metody stosowane do oznaczania jakości

Dopuszczona do stosowania w Polsce metoda klasyfikacji tusz wieprzowych EUROP, pomiar wykonywany nie później niż 45 min od momentu rozpoczęcia czynności ubojowych. Zaleca się prowadzenie pomiarów przez niezależną jednostkę.

Pomiar przewodności elektrycznej wykonywany konduktometrem, na półtuszy lewej, w mięśniu najdłuższym grzbietu na wysokości ostatniego żebra, co najmniej 3 godziny od rozpoczęcia czynności ubojowych. Rekomendowany czas to 12 godzin, nie później jednak niż 24 h od uboju.

4. Metody próbobrania

Każda tusza musi być przebadana urządzeniem do klasyfikacji, zgodnie z obowiązującą metodyką pracy urządzenia oraz konduktometrem w mięśniu najdłuższym grzbietu na wysokości ostatniego żebra licząc od strony głowy. Temperatura mierzona co najmniej w co 10. tuszy termometrem, w centrum geometrycznym szynki.

4. Niezbędne wyposażenie

Choirometr – aparat do klasyfikacji tusz wieprzowych zatwierdzony do stosowania w Polsce
Konduktometr – urządzenie do pomiaru przewodności mięsa
Termometr – do pomiarów temperatury wewnątrz tuszy

6. Opakowanie

Schłodzone tusze wieprzowe nie wymagają stosowania żadnych specjalistycznych opakowań. Dopuszcza się stosowanie worków foliowych bezpośrednio na półtuszę. Tusze transportuje się tylko zawieszone na hakach lub rozpinaczach.

7. Znakowanie

Na każdej tuszy musi znajdować się:

- pieczęć Inspekcji Weterynaryjnej dopuszczającej tusze do spożycia wraz z numerem weterynaryjnym zakładu,
- informacja o dacie uboju,
- numer indywidualny tuszy,
- klasa EUROP lub procentowa zawartość mięsa,
- atuaż z numerem dostawcy zwierzęcia.

8. Warunki przechowywania

Pomieszczenia do przechowywania i transportu tusz wieprzowych muszą spełniać wymagania HACCP. Na żadnym etapie procesu temperatura nie może wzrosnąć powyżej 6^{o}C.

9. Wymagania dodatkowe

Zaleca się stosowanie istniejących systemów jakości QAFP lub PQS.

LITERATURA

[1.] Bolan U., Sikora M. (2015). Rola standardów IFS i BRC w ocenie dostawców przez sieci handlowe. Zeszyty Naukowe UEK, 3 (939) : 167-183.
[2.] Borzuta K. Badania nad przydatnością różnych metod szacowania mięsności do klasyfikacji tusz wieprzowych w systemie EUROP (1998). Roczn. Inst. Przem. Miesn. I Tł., XXXV/2 : 84.
[3.] Mięso – Podstawy nauki i technologii. Praca zespołowa, red Pisula A., Pospiech E. Wydawnictwo SGGW, Warszawa, 2011.
[4.] Obiedziński M.W., Pisula A., Płonka S., Różycki M. i in. UPEMI (2013): Zeszyt Branżowy Kulinarne Mięso Wieprzowe. Wymagania produkcyjne I jakościowe.
[5.] System Jakości Wieprzowiny PQS Pork Quality System, Polus, 25 listopada 2013.

AKTY PRAWNE

[1.] Rozporządzenie Parlamentu Europejskiego I Rady (UE) Nr 1308/2013 z dnia 17 grudnia 2013 r. ustanawiające wspólną organizację rynków produktów rolnych oraz uchylające rozporządzenia Rady (EWG) nr 922/72, (EWG) nr 234/79, (WE) nr 1037/2001 i (WE) nr 1234/2007
[2.] Rozporządzenie Komisji (WE) NR 1249/2008 z dnia 10 grudnia 2008 r. ustanawiające szczegółowe zasady wdrożenia wspólnotowych skal klasyfikacji tusz wołowych, wieprzowych i baranich oraz raportowania ich cen.
[3.] Decyzja Komisji nr 2005/240/WE dnia 11 marca 2005 r. zatwierdzająca metody klasyfikacji tusz wieprzowych w Polsce.
[4.] Decyzja Komisji 2005/683/WE z dnia 30 września 2005 r. zmieniająca decyzję 2005/240/WE zatwierdzającą metody klasyfikacji tusz wieprzowych wPolsce.
[5.] Wykaz urządzeń stosowanych do klasyfikacji w krajach UE, informacje z posiedzenia Ekspertów, Bruksela 2018.
[6.] Monitoring MRiRW.
[7.] Dz. U. nr 35, poz. 300 – ocena jakości handlowej artykułów rolno- spożywczych. Rozporz. MRiRW z 5.02.2003r.

VI. ZELECENIA OGÓLNE DLA MAGAZYNÓW AUTORYZOWANYCH I LABORATORIÓW ODWOŁAWCZYCH

1. Uprawnienia rzeczoznawcy

W Polsce ogólne warunki wydawania uprawnień oraz wpisu do rejestru rzeczoznawców podaje Ustawa o jakości handlowej artykułów rolno-spożywczych z dn. 21.12.2000r. [Dz.U.nr 5/2001, poz. 4.4], z nowelizacją z dn. 18.12.2003 [Dz.U. nr. 223, poz. 2220] oraz Rozporządzenie Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi z dn. 18.03.2016r. w sprawie nabywania uprawnień do wykonywania niektórych czynności związanych z oceną jakości handlowej artykułów rolno-spożywczych oraz do dokumentowania tych czynności [Dz. U. 2016, poz. 390]. .

Pobieranie próbek do badań laboratoryjnych w systemie *Platformy Żywnościowej* mogą przeprowadzać tylko osoby posiadające wiedzę praktyczną i teoretyczną z zakresu pobierania próbek artykułów rolno-spożywczych danego rodzaju, potwierdzoną egzaminem zdanym przed komisją kwalifikacyjną powołaną przez Głównego Inspektora Inspekcji Jakości Handlowej Artykułów Rolno-Spożywczych i wpisane do rejestru rzeczoznawców (tekst jednolity Dz. U. z 2016, poz. 1604 z późn. zm.).

2. Zalecenia metrologiczne

Wszystkie przyrządy pomiarowe wykorzystywane w laboratoriach przy magazynach autoryzowanych powinny być objęte nadzorem metrologicznym, obejmującym sprawdzanie wewnętrzne jak i zewnętrzne, w tym okresowe wzorcowanie przyrządów w Głównym Urzędzie Miar lub innej Krajowej Instytucji Metrologicznej albo Instytucji Desygnowanej, będącej depozytariuszem wzorców państwowych, akredytowanym laboratorium wzorcującym, zgodnie z harmonogramem i procedurami obowiązującymi w laboratorium. W Rozporządzeniu Ministra Rozwoju i Finansów z dnia 13 kwietnia 2017 roku w sprawie rodzajów przyrządów pomiarowych podlegających prawnej kontroli metrologicznej oraz zakresu tej kontroli [Dz. U. 2017, poz. 885] podano wykaz przyrządów pomiarowych podlegających legalizacji. Obowiązek legalizacji dotyczy, m.in. wag różnego typu, odważników oraz gęstościomierzy zbożowych użytkowych z pojemnikami pomiarowymi 1 L i ¼ L. Dowodem legalizacji ponownej wag nieautomatycznych i automatycznych jest cecha legalizacji albo cecha legalizacji i świadectwo legalizacji ponownej. Dowodem legalizacji gęstościomierzy zbożowych użytkowych jest cecha legalizacji lub świadectwo legalizacji. Szkło laboratoryjne powinno być klasy A.

3. Grupy Robocze ds. Standardów Jakościowych

Platforma Żywnościowa jest w skali kraju przedsięwzięciem pionierskim i trudno jest przewidzieć i precyzyjnie określić w fazie analitycznej wszystkie aspekty jej działalności, dlatego należy założyć, że pewne elementy będą ulegały zmianie w trakcie jej wdrażania i funkcjonowania. Również rozwój technologii przetwarzania, przechowywania i metod badawczych będzie wymuszał stałe uaktualnianie wytycznych dla działalności magazynów autoryzowanych. Zalecane jest z tego względu powołanie Grup Roboczych ds. Standardów Jakościowych dla wszystkich pięciu produktów przewidzianych do obrotu na *Platformie Żywnościowej.* Grupy Robocze powinny się składać z przedstawicieli producentów, organizacji branżowych, jednostek naukowych i, w miarę potrzeb, innych podmiotów zaangażowanych w obrót przedmiotowymi towarami.

Zadaniem Grup Roboczych byłaby okresowa lub – w razie wystąpienia takiej potrzeby – weryfikacja zakresu, wartości i sposobów badania standardów jakościowych, zaproponowanych w niniejszym Raporcie.

4. Zalecenia dla laboratoriów odwoławczych

Rzetelność wykonywania badań w laboratorium odwoławczym powinna być potwierdzona:

- certyfikatem akredytacji w zakresie wskazanych metod badawczych, uwzględnionych w kryteriach jakościowych dla poszczególnych produktów,
- lub certyfikatem laboratorium zatwierdzonym do wykonywania badań w zakresie jakości danego produktu, wydanym przez niezależną jednostkę, np. GAFTA w przypadku ziarna zbóż.

Wskazane jest korzystanie z laboratoriów akredytowanych zgodnie z normą ISO/IEC 17025:2017.