

METODE VZORČENJA TER FIZIKALNO-KEMIJSKE ANALIZE JAJC IN JAJČNIH IZDELKOV

1. METODE VZORČENJA JAJC IN JAJČNIH IZDELKOV

Vzorci jajc in jajčnih izdelkov mora jemati uradna oseba.

Vzorci jajc in jajčnih izdelkov se jemljejo:

- v proizvodnji - iz proizvodne partije ali njenega dela,
- v prometu - iz embalažnih enot.

Vzorci se morajo v proizvodnji in prometu jemati na enak način, tako da je kot vzorec lahko izbrana vsaka enota izdelka.

Vzorec jajc in jajčnih izdelkov mora predstavljati povprečno sestavo celotne količine izdelkov, od katere je bil vzet.

S proizvodno partijo jajc in jajčnih izdelkov je mišljena ustrezna količina jajc ali jajčnih izdelkov, izdelana pod enakimi pogoji (za jajčne izdelke pa tudi po isti tehnologiji) in pakirana v embalažne enote določene mase, prostornine ali števila, tako da je kot vzorec za analizo lahko izbrana vsaka enota pakiranja jajc ali jajčnih izdelkov.

Vzorec jajc in jajčnih izdelkov sestavljata najmanj dva primerka, vzeta posamično, ki morata biti identična po sestavi, približno enaka po masi ali številu enot in vzeta v količini, ki zadostuje za potrebne analize.

Število vzorcev je odvisno od vrste izdelka, mase oziroma števila enot v embalažni enoti pakiranja ter od proizvedene količine oziroma pošiljke; izloči se na podlagi tabele 1.

Tabela 1. Določanje števila vzorcev za preskus kakovosti jajc in jajčnih izdelkov

Jajca in jajčni izdelki	Količina, od katere se vzame število vzorcev	Število vzorcev
Jajca v lupini	- do 2000 posamičnih pakiranj	5
	- za vsakih nadaljnjih 1000 pakiranj še po	1
Jajčni izdelki		
Tekoči, zamrznjeni in posušeni jajčni izdelki (melanž, rumenjak in beljak)	- do 1000 kg	2
	- od 1000 do 5000 kg	4
	- za vsakih nadaljnjih 100 kg še po	1
Kuhani jajčni izdelki (kuhana jajca na meter)	Proizvodna partija	
	- pošiljka do 100 kg	1
	- od 101 do 500 kg	3
	- za vsakih nadaljnjih 100 kg še po	1

Najmanjše količine vzorcev jajc in jajčnih izdelkov, ki se uporabljajo za preverjanje kakovosti, morajo biti: za jajca v lupini I., II. in III. kakovosti najmanj 500 g, za posušene, ohlajene in zamrznjene jajčne izdelke najmanj 200 g, za kuhane jajčne izdelke (jajca na meter) pa najmanj 200 g.

Pri jemanju vzorcev jajc in jajčnih izdelkov mora uradna oseba, ki jemlje vzorce, sestaviti zapisnik, v katerega vpiše vse podatke, pomembne za rezultat: kraj, datum in čas vzorčenja, pogoje za hrambo, vrsto in količino izdelka, od katerega vzame vzorce, oznako za identifikacijo vzorcev in količino vzorcev, ki se pošiljajo na analizo.

Zapisnik podpišeta uradna oseba in stranka.

2. FIZIKALNO-KEMIJSKE ANALIZE JAJC IN JAJČNIH IZDELKOV

2.1 Splošno

Reagenti, ki se uporabljajo za fizikalno-kemijske analize jajc in jajčnih izdelkov, morajo imeti analitično čistočo p.a., voda pa mora biti destilirana.

2.2 Fizikalno-kemijske analize

2.2.1 Preskušanje kakovosti jajc v lupini

Kakovost jajc v lupini ugotavljamo z naslednjimi fizikalnimi metodami:

- s presvetljevanjem,
- z merilnimi inštrumenti,
- organoleptično.

S presvetljevanjem jajc v lupini ugotavljamo obliko, gibljivost, videz in položaj rumenjaka, splošen videz oziroma prozornost in kompaktnost beljaka, navzočnost tujih snovi in krvavih madežev v notranjosti ter navzočnost in razvitost zarodka, velikost zračnega prostora in razpoke jajčne lupine.

Velikost zračnega prostora določamo med presvetljevanjem z merilnim instrumentom (kovinskim ali plastičnim) z milimetrsko razdelbo.

Jajca v lupini presvetljujemo v zatemnjenem prostoru ali mračni komori z ovoskopom (svetilko za presvetljevanje). Maso jajca v lupini in vsebino jajca po odstranitvi lupine določimo s tehtanjem na precizni tehtnici z natančnostjo $\pm 0,01$ g.

Zunanji videz, umazanost in deformacijo lupine določimo organoleptično - z adspekcijo.

Splošen videz, barvo in vonj vsebine jajca v lupini določimo organoleptično, in sicer tako, da jajce ubijemo v čisto posodo z ravnim dnom in svetlo površino.

Vsebino beljaka in rumenjaka ocenimo pri dnevni svetlobi.

Vonj tekočega beljaka in rumenjaka preskusimo z vohom. Če sumimo, da se okus in vonj razlikujeta od specifične kakovosti, ju lahko preskusimo s poskusom kuhanja ali poskusom pečenja:

a) poskus kuhanja opravimo tako, da v čisto posodo brez vonja nalijemo toliko pitne vode, da so vanjo potopljena cela jajca z lupino (katerih lastnosti preskušamo). Posodo pokrijemo in postavimo na toplotni vir, da se postopoma segreva, dokler ne zavre. Kokošja in kurja jajca morajo vreti od 5 do 7 min, gosja in račja pa od 10 do 20 min.

Jajca vzamemo iz posode, jih stremo in olupimo. Med lupljenjem in po njem preverimo vonj hlapnih snovi, ki s paro izhajajo iz vsebine kuhanega jajca. Kuhana jajca, ki smo jih olupili, damo v čisto posodo in s čistim nožem razrežemo na pol, nato pa ponovno ocenimo vonj hlapnih snovi. Okus kuhanega rumenjaka in beljaka ocenimo z okusom. Vonj in okus preskušane jajca morata biti značilna za kuhano jajce;

b) poskus pečenja opravimo tako, da jajce ubijemo v čisto posodo brez vonja (ne da bi dodali maščobo) in ga spečemo. Med pečenjem, ki traja, dokler beljak zaradi toplote popolnoma ne zakrknje oziroma ne pobeli, preskušamo vonj jajca, po končanem pečenju pa ocenimo tudi okus. Vonj in okus preskušane jajca morata biti značilna za pečeno jajce.

2.2.2 Preskušanje kakovosti jajčnih izdelkov

A) Preskušanje kakovosti tekočih, hlajenih in zamrznjenih jajčnih izdelkov

Kakovost tekočih, hlajenih in zamrznjenih jajčnih izdelkov določamo z naslednjima fizikalnima metodama:

- z merilnimi instrumenti,
- organoleptično.

Z merilnimi instrumenti določamo temperaturo in maso jajčnih izdelkov.

Za merjenje temperature jajčnih izdelkov lahko uporabljamo kovinske, alkoholne ali rotacijske termometre in kontaktne električne termometre. Temperaturo jajčnih izdelkov merimo v središčnem oziroma od zunanje površine pakiranja najbolj oddaljenem delu izdelka.

Za določanje mase jajčnih izdelkov uporabljamo precizno tehtnico z natančnostjo $\pm 0,01$ g.

Kakovost tekočih in hlajenih jajčnih izdelkov ocenimo organoleptično z adspekcijo, vohom in okusom po poskusu pečenja.

Z adspekcijo ugotavljamo navzočnost tujih primesi (snovi), homogenost in barvo jajčnega izdelka. Izdelek damo v čisto in suho posodo svetle površine in ravnega dna ter preverimo njegove lastnosti. Z vohom preskusimo hkrati morebitne odmike od vonja, značilnega za jajčne izdelke.

Če sumimo, da se okus in vonj razlikujeta od specifične kakovosti, ju preskusimo s poskusom pečenja, predpisanim v točki b) te metode. Za preskušanje okusa in preverjanje vonja s poskusom pečenja lahko uporabljamo isti del vzorca kot v prejšnjem odstavku.

Za določanje odstotka suhe snovi in odstotka maščob uporabljamo metode pod številko 2.2.3 in 2.2.4 te priloge.

Kakovost zamrznjenih izdelkov (melanž, rumenjaki in beljaki) preskušamo po istih metodah in postopkih kot kakovost tekočih ohlajenih izdelkov, le da jih moramo poprej odtajati.

Vzorci pasteriziranih zamrznjenih jajčnih izdelkov lahko odtajamo po hitrem ali počasnem postopku.

Vzorec je odtajan, ko je njegova temperatura v središčnem delu od $-0,5$ do 0 °C.

Tekoče ohlajene in zamrznjene vzorce moramo v proizvodnji in prometu jemati na način in s sredstvi, ki ne bodo vplivala na spremembo njihovih organoleptičnih in drugih lastnosti.

B) Preskušanje kakovosti posušenih jajčnih izdelkov

Kakovost posušenih jajčnih izdelkov določamo:

- z merilnimi instrumenti,
- organoleptično.

Z merilnimi instrumenti določamo maso jajčnih izdelkov. Za določanje mase posušenih jajčnih izdelkov uporabljamo precizno tehtnico z natančnostjo $\pm 0,01$ g.

Kakovost posušenih jajčnih izdelkov ocenjujemo organoleptično z adspekcijo, vohom in poskusom pečenja.

Sušeni prah stresemo v čisto, suho posodo svetle barve in z ravnim dnom ter z adspekcijo ugotovimo barvo, navzočnost tujih snovi in splošen videz prahu. Z vohom določimo hkrati morebitni odmik vonja od specifičnega vonja izdelka.

Če sumimo, preverimo s poskusom pečenja vonj in določimo okus izdelka.

Vzorec za poskus pečenja pripravimo takole: odtehtamo en del sušenega prahu celega jajca in dodamo tri dele vode ali en del beljaka v prahu in sedem delov vode ali en del rumenjaka v prahu in 1,25 dela vode. Vse to dobro homogeniziramo in pustimo stati 15 min, nato pa pečemo, ne da bi dodali mast ali olje. Vonj vzorca, ki ga pečemo, preskušamo med pečenjem in po njem, okus pa po pečenju. Vonj in okus moramo znova preskusiti tudi po ohladitvi vzorca na sobno temperaturo.

Odstotek suhe snovi in odstotek maščob določimo z metodami pod številko 2.2.3 in 2.2.4 te priloge.

C) Preskušanje kakovosti kuhanih jajčnih izdelkov

Kakovost kuhanih jajčnih izdelkov določamo pri dnevni svetlobi:

- z merilnimi instrumenti,
- organoleptično.

Vzorec damo v čisto posodo svetle barve in ravnega dna. Z merilnimi instrumenti določimo temperaturo in maso kuhanih jajčnih izdelkov.

Za določanje temperature in mase uporabljamo instrumente.

Vzorci kuhanih jajčnih izdelkov ocenimo organoleptično z adspekcijo, palpacijo, vohom in okusom.

Z adspekcijo ugotavljamo zunanji videz izdelka, navzočnost tujih snovi na ovoju in pod njim (če ima ovoj) in na prerezu izdelka. Barvo kuhanega beljaka in rumenjaka določimo na prerezu vzorca kuhanega jajčnega izdelka.

S palpacijo določimo konsistenco vzorcev kuhanih jajčnih izdelkov. Vonj in okus ocenimo neposredno po odstranitvi ovoja in pri rezanju vzorcev kuhanih jajčnih izdelkov.

2.2.3 Določanje suhe snovi s sušenjem

Princip in postopek

Metoda temelji na principu tehtanja ostanka po sušenju do konstantne mase.

Za določanje suhe snovi s sušenjem jajčnih izdelkov uporabljamo dva postopka:

- a) sušenje pri $105\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$ - za jajčne izdelke, ki jim ni dodan sladkor,
- b) sušenje v vakuumu - za jajčne izdelke, ki jim je dodan sladkor.

a) Sušenje pri $105\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$

Princip

S tem postopkom določamo ostanek po sušenju vzorca pri $105\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$ do konstantne mase.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) aluminijasto posodico s premerom 50 mm,
- 2) kratko stekleno palčko,
- 3) sušilnik z avtomatsko regulacijo temperature na $105\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$,
- 4) kremenov pesek, opran s klorovodikovo kislino in izžarjen,
- 5) eksikator.

Postopek

V posušeno in stehtano aluminijasto posodico odtehtamo z natančnostjo $\pm 0,0001$ g približno 2 g tekočega ali zamrznjenega vzorca oziroma približno 5 g sušenega vzorca jajčnega izdelka. Odtehtano količino vzorca skupaj s posodico sušimo v sušilniku pri temperaturi $105\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$ do konstantne mase.

Vzorec tekočega ali zamrznjenega jajčnega izdelka sušimo na enak način v aluminijasti posodici z izžarjenim peskom in stekleno palčko.

Na istem vzorcu za analizo opravimo najmanj dve določanji.

Izračunavanje

Suho snov izražamo kot odstotek mase vzorca, izračunamo pa jo po naslednji formuli:

$$\text{suha snov v odstotkih} = \frac{G_2 - G}{G_0} \cdot 100$$

$$\text{voda v odstotkih} = \frac{G_1 - G_2}{G_0} \cdot 100$$

kjer je:

G - masa prazne aluminijaste posodice v g,

G₁ - masa aluminijaste posodice z odtehtkom v g,

G₂ - masa aluminijaste posodice z odtehtkom po sušenju v g,

G₀ - odtehtek v g.

b) Sušenje v vakuumskem sušilniku

Princip

S tem postopkom določamo suho snov pri jajčnih izdelkih, ki jim je dodan sladkor, tako, da vzorce sušimo v vakuumskem sušilniku pri absolutnem tlaku, ki je nižji od 2,2 kPa, in pri temperaturi $99\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) vakuumski sušilnik z avtomatsko regulacijo temperature na $99\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$, opremljen z manometrom;
- 2) eksikator, ki vsebuje sveže aktiviran silikagel z ustreznim sušivom;
- 3) kovinsko posodico za tehtanje s premerom 50 mm, ki je odporna proti vzorcu in preskusnim pogojem;
- 4) toplo vodno kopel;
- 5) analitsko tehtnico.

Postopek

V posušeno in stehtano kovinsko posodico odtehtamo z natančnostjo $\pm 0,0001$ g približno 5 g tekočega ali zamrznjenega oziroma 2 g sušenega vzorca jajčnega izdelka. Posodo postavimo na toplo kopel, da izhlapi največji del vode iz vzorca. Posodo odkrijemo in skupaj s pokrovom postavimo v vakuumski sušilnik, v katerem jo približno 5 h sušimo pri temperaturi $99\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ in tlaku, ki je nižji od 2,2 kPa. Nato omogočimo dotok suhega zraka v sušilnik in izenačitev tlaka z atmosferskim tlakom. Posodo pokrijemo in prenesemo v eksikator, da se ohladi do sobne temperature, nato pa stehtamo.

Postopek sušenja v vakuumskem sušilniku ponavljamo v dvournih presledkih, dokler ne dobimo konstantne mase.

Na istem vzorcu za analizo opravimo najmanj dve določanji.

Izračunavanje

Suho snov izražamo kot odstotek mase vzorca, izračunamo pa jo po naslednji formuli:

$$\text{skupna suha snov v odstotkih} = \frac{G_2 - G}{G_0} \cdot 100$$

$$\text{voda v odstotkih} = \frac{G_1 - G_2}{G_0} \cdot 100$$

kjer je:

G - masa prazne kovinske posode v g,

G₁ - masa kovinske posode z odtehtkom v g,

G₂ - masa kovinske posode z odtehtkom po sušenju v g,

G₀ - odtehtek v g.

odstotek	=	odstotek	-	odstotek
suhe snovi		skupne suhe		dodanega
jajčnega izdelka		snovi		sladkorja

Ponovljivost

Razlika med rezultatom dveh določanj, ki ju je isti analitik na istem vzorcu opravil v istem laboratoriju ob enakih pogojih, ne sme biti večja od 0,1 g suhe snovi na 100 g vzorca.

2.2.4 Določanje maščob - Postopek po Weibelu in Stoldt

Princip in postopek

Vzorec jajčnega izdelka hidroliziramo s klorovodikovo kislino, sproščene maščobe pa ekstrahiramo s petroletrom. Maščobe nato ponovno izločimo in količino izrazimo kot odstotek mase, računano na vzorec.

Metodo uporabljamo za določanje maščobe v tekočem, zamrznjenem in posušenem rumenjaku in melanžu.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) 200 ml čaše,
- 2) lij s premerom 12 do 15 cm,
- 3) urno steklo s premerom 10 cm (2 stekli),
- 4) 100 ml menzuro (2 menzuri),
- 5) filtrirni papir s premerom 27 cm,
- 6) vodno kopel ali zaprto električno peč,
- 7) sušilnik z avtomatsko regulacijo temperature na $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$,
- 8) aparaturo za ekstrakcijo po Soxhletu ali ekstraktor po Twisselmannu z 250 ml bučo,
- 9) lovilnik kapljic,
- 10) kondenzator po Liebigu.

Postopek

Z natančnostjo 0,0001 g odtehtamo v čašo približno 2 g vzorca tekočega ali zamrznjenega rumenjaka oziroma približno 3 g vzorca tekočega ali zamrznjenega melanža oziroma približno 1 g vzorca sušenega rumenjaka ali melanža. Vzorec 20 ml vode in 10 ml klorovodikove kisline 15 min segrevamo v vreli vodni kopeli in ga medtem občasno premešamo. Nato vsebino v čaši ob neprestanem mešanju s stekleno palčko segrevamo na mrežici, dokler ne zavre. Čašo pokrijemo z urnim steklom in pustimo, da vsebina počasi vre, dokler se ne raztopijo vse beljakovine (približno 30 min). Urno steklo nato izperemo z vročo vodo v čašo in celotno vsebino takoj filtriramo skozi naguban ovlažen filtrirni papir. Filtrirni papir izpiramo z vročo vodo, s katero smo poprej izprali čašo, v kateri smo kuhali vzorec, dokler filtrat ne reagira na klorove ione.

Po končanem preskusu, ko se je voda dobro odcedila, postavimo filtrirni papir z izločenimi maščobami v tulec, ki ga postavimo na urno steklo ali v čašo, v kateri smo kuhali vzorec, ter 2 h sušimo pri temperaturi 105 °C. Posušeni vzorec postavimo skupaj s filtrirnim papirjem in tulcem naravnost v eksikator Soxhletove aparature, urno steklo ali čašo pa izperemo s petroletrom, ki ga vlijemo v aparaturo. Aparaturo nato povežemo s kondenzatorjem in poprej posušeno in stehtano bučo. Z zgornje strani kondenzatorja vlijemo skozi majhen lij toliko petroletra, da njegova skupna količina ne zavzema več kot 3/4 prostornine buče. Bučo segrevamo bodisi neposredno na zaprti električni peči ali na vodni kopeli. Jakost segrevanja naravnamo tako, da kondenzirane kapljice petroletra padajo s tako hitrostjo, da jih komaj lahko štejemo, ne smejo pa oblikovati neprekinjenega curka. Ekstrakcija mora trajati približno 2 h. Prekinemo jo v trenutku, ko se petroleter prelije v bučo. Petroleter odstranimo iz ekstrakta z destilacijo na isti aparaturi, vendar brez tulca ali tako, da bučo z ekstraktom maščob povežemo z Liebigovim kondenzatorjem in segrevamo v vodni kopeli. Vzorec destiliramo, dokler ne odstranimo vsega topila.

Vsebinsko v buči nato sušimo pri temperaturi 105 °C do konstantne mase.

Na istem vzorcu za analizo opravimo najmanj dve določanji.

Izračunavanje

Količino maščob izražamo kot odstotek mase vzorca, izračunamo pa jo po naslednji formuli:

$$\text{odstotek maščob} = \frac{G_1 - G_2}{G_0} \cdot 100$$

kjer je:

G_1 - masa buče po ekstrakciji in sušenju v g,

G_2 - masa prazne buče v g,

G_0 - odtehtana količina vzorca v g.

Ponovljivost

Razlika med rezultatom dveh določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim na istem vzorcu za analizo opravil isti analitik v istem laboratoriju ob enakih pogojih, ne sme biti večja od 0,3 g maščob na 100 g vzorca.

2.2.5 Določanje prostih maščobnih kislin

Princip in postopek

Vzorec ekstrahiramo z dietiletrom. Dietileter uparimo, ekstrahirani ostanek pa raztopimo v toluenu. Količino prostih maščobnih kislin določimo s titracijo s standardno raztopino natrijevega hidroksida v etanolu ob fenolftaleinu kot indikatorju.

Metodo uporabljamo za določanje aciditete dietiletrskega ekstrakta (računano kot oleinska kislina) v sušenem melanžu in sušenih rumenjkih.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) erlenmajerico z zamaškom;
- 2) toplo vodno kopel;
- 3) analitsko tehtnico;
- 4) sušilnik s termostatom.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) toluen: če ni nevtralen, titiramo 50 ml toluena z 0,05 mol/l standardne raztopine natrijevega hidroksida v etanolu, nato pa rezultat korigiramo,
- 2) fenolftalein 1 % (m/v) v etanolu,
- 3) etanolsko raztopino natrijevega hidroksida $c(\text{NaOH}) = 0,05 \text{ mol/l}$: koščke kovinskega natrija s prostornino približno 1 ml raztopimo v 800 ml absolutnega alkohola (etanola). 10 ml te raztopine titiramo z 0,1 mol/l raztopino klorovodikove kisline ob fenolftaleinu kot indikatorju. Izračunamo prostornino etanola, ki jo moramo dodati, da bi dobili raztopino 0,05 mol/l. Pred uporabo jo standardiziramo z 0,1 mol/l raztopino klorovodikove kisline.

Postopek

V majhno erlenmajerico z zamaškom odtehtamo približno 2 g vzorca in dodamo 30 ml dietiletra, nato pa močno stresemo. Pustimo, dokler se vsebina ne zbistri, nato pa dekantiramo skozi filtrini papir v bučko. Ekstrakcijo trikrat ponovimo, vsakič pa uporabimo po 20 ml dietiletra. Dietileter uparimo na topli kopeli, ekstrakt pa sušimo 15 min v sušilniku pri temperaturi 100 °C. Ekstrakt nato ohladimo, dodamo 30 ml toluena ter 3 do 4 kapljice raztopine fenolftaleina kot indikatorja, nato pa titiramo s sveže pripravljeno raztopino natrijevega hidroksida v etanolu. Titracijo prekinemo v trenutku, ko se spremeni barva.

Na istem vzorcu za analizo opravimo najmanj dve določanji.

Izračunavanje

Količino prostih maščobnih kislin (kot oleinska) v vzorcu izračunamo po formuli:

$$\frac{V_1 \cdot 2,81}{2m_0}$$

kjer je:

V_1 - prostornina porabljene standardne 0,05 mol/l raztopine natrijevega hidroksida v etanolu v ml;

m_0 - masa vzetega vzora v g.

Za količino prostih maščobnih kislin (izraženo kot oleinska), izkazano glede na delež maščob v izdelku, velja formula:

$$\frac{V_1 \cdot 2,81}{2m_0} \cdot \frac{100}{\% M}$$

kjer je:

V_1 in m_0 - isto kot v prejšnji formuli;

% M - odstotek maščob v izdelku, določen po metodi za določanje maščob (postopek po Weibelu in Stoldtu pod točko 2.2.4).

Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim na istem vzorcu za analizo po isti metodi v istem laboratoriju ob enakih pogojih opravil isti analitik, ne sme biti večja od 0,3 g prostih maščobnih kislin na 100 g maščob v vzorcu.