


Poland

UKD 661.731

 POLSKI KOMITET NORMALIZACYJNY	POLSKA NORMA		PN-72 A-79733
	Ocet spirytusowy		Zamiast PN-64/A-79733
			Grupa katalogowa 1291 <sup>1)</sup>
Spirít vinegar	Vinaigre d'alcool	Спиртовой уксус	

**1. WSTĘP**

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest ocet spirytusowy zwykły oraz ocet spirytusowy z dodatkiem środków smakowo-aromatycznych.

**1.2. Określenia**

**1.2.1. Ocet spirytusowy** - produkt otrzymany przez fermentację octową rozcieńczonego spirytusu rektyfikowanego lub rozcieńczonego spirytusu surowego pozbawionego pirydyny.

**1.2.2. Ocet spirytusowy z dodatkiem środków smakowo-aromatycznych** - produkt otrzymany przez dodanie do octu spirytusowego zwykłego środków smakowo-aromatycznych, np. soku lub koncentratu owocowego, wyciągu z ziół; wyciągu z korzeni itp.

**1.2.3. Moc octu** - kwasowość ogólna wyrażona jako liczba gramów kwasu octowego w 100 cm<sup>3</sup> octu w temperaturze 20°C.

**1.2.4. Partia octu spirytusowego** - określona ilość octu jednego rodzaju i typu, w jednakowych opakowaniach, oznaczona jedną datą rozlewu, wyprodukowana przez jeden zakład i przedstawiona jednorazowo do odbioru.

**1.3. Normy i dokumenty związane**

- FN-59/A-04010 Artykuły żywnościowe. Oznaczenie zawartości arsenu
- FN-80/A-04011 Artykuły żywnościowe. Oznaczenie zawartości ołowiu
- FN-80/A-04012 Artykuły żywnościowe. Oznaczenie zawartości miedzi

<sup>1)</sup> Symbole wg SWW: 2541-111; 2541-112.

- PN-59/A-04013 Artykuły żywnościowe. Oznaczenie zawartości cynku
- PN-59/A-04015 Artykuły żywnościowe. Oznaczenie zawartości żelaza
- PN-77/A-75032 Przetwory owocowe, warzywne, warzywno-mięsne, grzybowe, wina i miody pitne. Pakowanie, przechowywanie, transport
- PN-74/A-75951 Przetwory owocowe. Soki owocowe pitne
- PN-64/A-75952 Półprodukty owocowe. Soki owocowe surowe (Moszcze)
- PN-74/A-79522 Spirytus rektyfikowany
- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowania próbek
- PN-72/D-79601 Skrzynki i komplety skrzynkowe z tarcicy zbijane. Wspólne wymagania
- PN-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowiejsiowe bez skrzydeł drewniane 800 X 1200-EUR
- PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy
- PN-65/O-79040 Opakowania transportowe. Kosze do balonów i butli szklanych. Szeregi wymiarowe
- PN-76/O-79351 Opakowania transportowe drewniane. Beozki
- PN-73/O-79402 Opakowania transportowe tekturowe. Pudła
- PN-81/O-79700 Opakowania jednostkowe szklane. Butelki do artykułów spożywczych. Wymagania i badania
- PN-83/O-79710 Opakowania szklane

Należy ubieganie o zmianę i poprawki ogłoszone w Biuletynie PKNMIJ Nr 13/93

Zgłoszona przez Komitet Drobnej Wytwarzalności  
Ustanowiona przez Polski Komitet Normalizacyjny dnia 7 marca 1972 r.  
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 września 1972 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 2/1972, poz. 2)  
Przedruk dozwolony tylko za zgodą Polskiego Komitetu Normalizacji, Miar i Jakości

287/12/32

BN-80/6831-32 Butelki podstawowe do płynów spożywczych. Kształt i wymiary  
Rozporządzenie Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej z dnia 16 listopada 1961 r. w sprawie warunków, jakim powinna odpowiadać woda do picia i potrzeb gospodarczych (Dz. U. 55/61 poz. 333).  
Wzorcowe tablice alkoholometryczne o temperaturze odniesienia 20°C. Wydawnictwa Naukowo Techniczne, Warszawa 1967.

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Rodzaje octu. W zależności od składu recepturowego oraz opakowania rozróżnia się następujące rodzaje octu:

- ocet spirytusowy zwykły luzem - o mocy 9 + 12 g/100 cm<sup>3</sup>, dla przemysłu,
- ocet spirytusowy zwykły w butelkach, 10-procentowy - o mocy 10 g/100 cm<sup>3</sup>, do obrotu detalicznego,
- ocet spirytusowy zwykły w butelkach, 6-procentowy - o mocy 6 g/100 cm<sup>3</sup>, do obrotu detalicznego,
- ocet spirytusowy z dodatkiem środków smakowo-aromatycznych w butelkach, 6-procentowy - o mocy 6 g/100 cm<sup>3</sup>, do obrotu detalicznego; dla octu spirytusowego z dodatkiem środków smakowo-aromatycznych przewiduje się różne nazwy w zależności od użytego środka: owocowy - w przypadku użycia soku lub koncentratu owocowego, ziołowy - w przypadku użycia wyciągu z ziół itp.

### 2.2. Przykład oznaczenia

- octu spirytusowego zwykłego o mocy 10 g/100 cm<sup>3</sup>:

OCET SPIRYTUSOWY 10% PN-72/A-79733

- octu spirytusowego z dodatkiem wyciągu ziołowego o mocy 6 g/100 cm<sup>3</sup>:

OCET SPIRYTUSOWY ZIOŁOWY 6% PN-72/A-79733

## 3. WYMAGANIA

### 3.1. Surowce

3.1.1. Woda - wg Rozporządzenia Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej z dnia 16 listopada 1961 r. w sprawie warunków, jakim powinna odpowiadać woda do picia i potrzeb gospodarczych (Dz. U. 55/61 poz. 333).

3.1.2. Spirytus - wg PN-74/A-79522 lub spirytus surowy otrzymany z melasy, pozbawiony pirydyny.

3.1.3. Dodatki smakowo-aromatyczne. Soki owocowe surowe wg PN-64/A-75952, soki pitne wg PN-74/A-75951 z tym, że do produkcji octu można użyć soki owocowe o obniżonej w stosunku do wymagań norm zawartości ekstraktu i podwyższonej zawartości alkoholu, podwyższonej kwasowości ogólnej i zawartości kwasów lotnych. Koncentraty owocowe, zioła, korzenie i inne przyprawy w postaci świeżej lub suszonej, w postaci wyciągów lub wywarów oraz inne naturalne środki smakowo-aromatyczne wg odpowiednich norm jakościowych lub wymagań technicznych.

### 3.2. Wyrób

3.2.1. Wymagania organoleptyczne - wg tabl. 1.

Tablica 1

Lp.	Cechy	Wymagania	
		Ocet spirytusowy, zwykły	Ocet spirytusowy z dodatkiem środków smakowo-aromatycznych
1	Klarowność	przezroczysty, bez osadów i zmełnień, w occie rozlany w butelki zamykane korkiem naturalnym dopuszcza się obecność pyłu korkowego oraz obecność do trzech okruchów korka w liczbie 2 butelek pobranych wg 5.2.2.1	
2	Barwa	bezbarwny lub o zabarwieniu słomkowym	charakterystyczna dla deklarowanego środka smakowo-aromatycznego; dopuszcza się barwienie karminem;
3	Zapach	swoisty, właściwy dla octu spirytusowego, bez obcych zapachów	swoisty, właściwy dla octu z wyraźnym wyczuwalnym zapachem deklarowanego środka smakowo-aromatycznego, bez obcych zapachów
4	Smak	właściwy dla octu spirytusowego bez obcych posmaków	właściwy dla octu spirytusowego z wyczuwalnym smakiem deklarowanego środka smakowo-aromatycznego, bez obcych posmaków
5	Obecność węgorków octowych	nie dopuszczalna	

## 3.2.2. Wymagania fizykochemiczne - wg tabl. 2.

Tablica 2

Lp.	Cechy	Wymagania			
		Ocet spirytusowy zwykły			Ocet spirytusowy z dodatkami środków smakowo-aromatycznych w butelkach
		luzem	w butelkach		
		-	10%	6%	
1	2	3	4	5	6
1	Moc octu, g na 100 cm <sup>3</sup> produktu	9±12 ±0,2	10 ±0,2	6 ±0,2	6 ±0,2
2	Dopuszczalne odchylenie od deklarowanej zawartości netto w temperaturze 20°C, %	nie normalizuje się	±2		
3	Zawartość środków utrwalających, mg na 1000 cm <sup>3</sup> produktu, nie więcej niż a) wolnego dwutlenku siarki, b) ogólnego dwutlenku siarki		40 100		
4	Zawartość alkoholu etylowego, % obj., w temperaturze 20°C, nie więcej niż	0,7	0,7	0,4	1,0
5	Obecność kwasów nieorganicznych (mineralnych)	nie dopuszczalna			
6	Obecność pirydyny				
7	Obecność barwników sztucznych				
8	Zawartość arsenu, mg na 1000 cm <sup>3</sup> produktu, nie więcej niż	0,2			
9	Zawartość ołowiu, mg na 1000 cm <sup>3</sup> produktu, nie więcej niż	0,4			
10	Zawartość miedzi, mg na 1000 cm <sup>3</sup> produktu, nie więcej niż	2,0			
11	Zawartość cynku, mg na 1000 cm <sup>3</sup> produktu, nie więcej niż	5,0			
12	Zawartość żelaza, mg na 1000 cm <sup>3</sup> produktu, nie więcej niż	20,0			

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

## 4.1. Pakowanie

4.1.1. Opakowanie jednostkowe stanowią butelki wg PN-73/0-79700 i BN-80/6831-32 lub inne butelki wg obowiązujących wymagań o pojemności 0,25 - 1 dm<sup>3</sup>, zabezpieczone szczelnym zamknięciem.

Butelki oraz zamknięcia powinny być wykonane z materiałów dozwolonych do bezpośredniego stykania się z żywnością i odpornych na działanie octu.

Na każdym opakowaniu jednostkowym należy umieścić czytelne napisy zawierające co najmniej:

a) nazwę i adres wytwórni oraz ewentualnie znak fabryczny,

- b) oznaczenie wg 2.2,  
c) zawartość octu w dm<sup>3</sup>,  
d) datę rozlewu,  
e) cenę detaliczną,  
f) napię

- na butelkach z octem o mocy 6 g/100 cm<sup>3</sup>: "Do bezpośredniego spożycia używać w stanie rozcieńczonym w stosunku 1:1";

- na butelkach z octem o mocy 10 g/100 cm<sup>3</sup>: "Do bezpośredniego spożycia używać w stanie rozcieńczonym w stosunku 1:2".

## 5. BADANIA

4.1.2. Opakowania transportowe octu w butelkach stanowią skrzynki drewniane wg PN-72/D-79601, pudła tekturowe wg PN-73/O-79402 oraz inne opakowania o wymiarach zgodnych z zasadami PN-78/O-79021 zabezpieczające produkt przed uszkodzeniem. Opakowania transportowe octu w butelkach powinny być zaopatrzone w przekładki uniemożliwiające bezpośredni kontakt butelek między sobą.

Zaleca się tworzenie jednostek ładunkowych dla ułatwienia przemieszczania ładunków z zastosowaniem palety ładunkowej 800 × 1200 mm wg PN-75/M-78216. W przypadku gdy na butelkach z octem umieszczonych w opakowaniach transportowych nie widać etykiet, należy na opakowaniu transportowym podać oznaczenia wg 4.1.1 a) ÷ f) oraz liczbę opakowań jednostkowych.

4.1.3. Opakowania transportowe octu luzem stanowią beczki drewniane wg PN-76/O-79351, balony szklane wg PN-83/O-79710, umieszczone w koszach o wymiarach wg PN-65/O-79040 i inne opakowania uzgodnione z odbiorcą, czyste, szczelne, dozwolone do bezpośredniego stykania się z żywnością i odporne na działanie kwasu.

Na każdym opakowaniu transportowym octu luzem należy umieścić napisy zawierające co najmniej:

- a) numer opakowania,
- b) nazwę, adres i ewentualnie znak fabryczny wytwórni,
- c) oznaczenie wg 2.2,
- d) zawartość octu w kilogramach,
- e) datę napełnienia opakowania.

### 4.2. Przechowywanie

4.2.1. Warunki przechowywania. Ocet spirytusowy w opakowaniach wg 4.1 powinien być przechowywany w pomieszczeniach przewiewnych w temperaturze  $-2 \div +20^{\circ}\text{C}$  i wilgotności względnej do 80%.

4.2.2. Okresy przechowywania. Ocet spirytusowy w opakowaniu wg 4.1, przechowywany zgodnie z 4.2.1, nie powinien wykazywać odchyłań od wymagań normy przezi:

- a) ocet spirytusowy zwykły - 9 miesięcy,
- b) pozostałe rodzaje octu spirytusowego - 6 miesięcy, licząc od daty rozlewu.

4.3. Transport. Ocet spirytusowy w opakowaniach wg 4.1 należy przewozić w warunkach zabezpieczających przed uszkodzeniem mechanicznym, zepsuciem lub zanieczyszczeniem oraz szkodliwym działaniem wpływów atmosferycznych zgodnie z PN-77/A-75032. Beczki z octem należy ustawiać czopami do góry w sposób uniemożliwiający zmianę położenia beczek podczas ruchu pojazdu. Podczas mrozów ocet o mocy 6 g na  $100\text{ cm}^3$  produktu powinien być transportowany w temperaturze powyżej  $-5^{\circ}\text{C}$ , a ocet o mocy 10 g na  $100\text{ cm}^3$  produktu - w temperaturze powyżej  $-10^{\circ}\text{C}$ .

### 5.1. Program badań

#### 5.1.1. Badania pełne

- a) sprawdzanie wyglądu opakowań i obecności okruszków korka,
- b) sprawdzanie prawidłowości znakowania,
- c) sprawdzanie zgodności nalewów,
- d) sprawdzanie klarowności,
- e) sprawdzanie barwy,
- f) sprawdzanie zapachu i smaku,
- g) sprawdzanie obecności węgorków octowych,
- h) oznaczanie mocy,
- i) oznaczanie zawartości środków utrwalających (wolnego i ogólnego dwutlenku siarki),
- j) oznaczanie zawartości alkoholu etylowego,
- k) wykrywanie obecności kwasów nieorganicznych (mineralnych),
  - 1) wykrywanie obecności pirydyny,
  - 2) wykrywanie obecności barwników sztucznych,
  - m) oznaczanie zawartości arsenu, ołowiu, miedzi, cynku, żelaza.

Badania pełne należy wykonywać przynajmniej raz na 6 miesięcy oraz po każdorazowej zmianie receptury, technologii lub aparatury.

Badania pełne należy wykonać również w przypadkach spornych, jeżeli odbiorca i producent nie ustalą innego ich zakresu. Sprawdzanie zgodności z wymaganiami 5.1.1 a) ÷ c) należy wykonywać we wszystkich opakowaniach jednostkowych pobranych wg 5.2.2.1.

Pozostałe badania należy przeprowadzić na średniej próbce laboratoryjnej.

5.1.2. Badania niepełne obejmują badania wg 5.1.1 a) ÷ i). Badania niepełne należy przeprowadzić dla każdej partii produktu.

### 5.2. Pobieranie próbek

#### 5.2.1. Pobieranie próbek octu luzem (w opakowaniach transportowych)

5.2.1.1. Sposób pobierania próbek - wg PN-67/C-04500, przy czym próbkę pierwotną należy pobrać z każdego opakowania po dokładnym wymieszaniu zawartości.

5.2.1.2. Wielkość próbki ogólnej - co najmniej 6 l.

5.2.1.3. Wielkość próbki średniej - około  $1,5\text{ dm}^3$ .

5.2.1.4. Przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej - wg PN-67/C-04500, przy czym próbkę należy rozlać do trzech czysztych i popłukanych pobieranym octem  $0,5\text{ dm}^3$  naczyń szklanych ze szczelnym zamknięciem. Jedną część próbki otrzymuje odbiorca, drugą dostawca, a trzecia powinna być pozostawiona u producenta do ewentualnej analizy rozjemczej.

#### 5.2.2. Pobieranie próbek octu w butelkach

5.2.2.1. Sposób pobierania próbek. Z każdej partii przedstawionej do badań należy wybrać liczbę opakowań transportowych podaną w tabl. 3.

Tablica 3

Liczba opakowań transportowych w partii	do 160	161÷250	251÷400	powyżej 400
Liczba opakowań transportowych, z których należy pobrać opakowania jednostkowe	6	7	8	10

Z każdego opakowania transportowego wybranego wg tabl. 3 należy pobrać metodą losową na ślepo, po jednej butelce z octem, jednak nie mniej niż 6 butelek, przy czym przed sporządzeniem próbki średniej należy wszystkie pobrane opakowania poddać oględzinom zewnętrznym, sprawdzeniu obecności okruszków korka oraz dokładności nalewu - badania wg 5.1.1 a) ÷ c).

5.2.2.2. Przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Zawartość butelek pobranych wg 5.2.2.1 zlać do czystego, suchego naczynia, wymieszać, a następnie postępować wg 5.2.1.4.

### 5.3. Opis badań

5.3.1. Sprawdzanie wyglądu opakowań. Przez oględziny należy sprawdzić czystość butelek i etykiety, dokładność zamknięcia oraz obecność okruszków korka.

5.3.2. Sprawdzanie prawidłowości znakowania. Przez oględziny należy stwierdzić zgodność z 4.1.

5.3.3. Sprawdzanie zgodności nalewu. Zawartość butelki z octem przelać do cylindra pomiarowego pojemności 1000 cm<sup>3</sup> i odczytać objętość w temperaturze 20°C.

5.3.4. Sprawdzanie barwy i klarowności. Obserwować próbkę octu w zlewce ze szkła bezbarwnego w świetle przechodzącym.

5.3.5. Sprawdzanie smaku. Część próbki badanego octu rozcieńczyć wodą do mocy około 3 g na 100 cm<sup>3</sup> i ocenić smak organoleptycznie.

5.3.6. Sprawdzanie zapachu. Dwie porcje octu po około 20 cm<sup>3</sup> wlać do dwóch kolb stożkowych z szeroką szyjką, jedną z nich zubożyć 10-procentowym roztworem wodorotlenku sodowego lub potasowego, wobec papierka lakmusowego lub fenoloftaleiny. Po silnym wstrząśnięciu, ocenić organoleptycznie zapach octu w obu próbkach. Przy occie z dodatkiem środków smakowo-aromatycznych w obu próbkach powinien być wyraźnie wyczuwalny zapach charakterystyczny dla użytego środka. Smakowo-aromatycznego.

5.3.7. Sprawdzanie obecności węgorzyków octowych. Próbkę octu w zlewce z bezbarwnego szkła obserwować nad czarnym tłem w świetle przechodzącym, w celu stwierdzenia obecności węgorzyków octowych. Węgorzyki octowe mają włosowaty kształt, wykonują szybkie spiralne ruchy; wymiary: długość 1 ÷ 2 mm, średnica około 0,3 mm.

### 5.3.8. Oznaczenie mocy octu

5.3.8.1. Oznaczenie mocy octu bezbarwnego. 10 cm<sup>3</sup> z próbki średniej sporządzonej wg 5.2.1.4 i 5.2.2.2 miareczkować 1N roztworem wodorotlenku sodowego wobec fenoloftaleiny do chwili zmiany barwy na lekko różową, utrzymującą się około 30 s. Moc octu (X<sub>1</sub>) wyrażoną w gramach kwasu octowego na 100 cm<sup>3</sup> octu obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{a \cdot 60 \cdot f}{100} = a \cdot 0,6 \cdot f$$

w którym:

- a - ilość wodorotlenku sodowego użyta na miareczkowanie 10 cm<sup>3</sup> próbki; cm<sup>3</sup>,
- 60 - równoważnik kwasu octowego,
- f - współczynnik przeliczeniowy równy normalności użytego roztworu wodorotlenku sodowego (przy roztworze 1N f = 1).

5.3.8.2. Oznaczenie mocy octu barwnego należy przeprowadzić wg 5.3.8.1, stosując zamiast fenoloftaleiny papierka lakmusowy. Miareczkowanie prowadzi do chwili, gdy kropla miareczkowanego płynu wykaże na papierku lakmusowym niebieską obwódkę, obliczenia wykonać wg 5.3.8.1.

5.3.8.3. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,05 g na 100 cm<sup>3</sup>. Wynik podać z dokładnością do 0,02 g na 100 cm<sup>3</sup>.

### 5.3.9. Oznaczenie zawartości alkoholu etylowego (metoda areometryczna)

5.3.9.1. Zasada oznaczania polega na oddestylowaniu z octu alkoholu i oznaczeniu jego stężenia w destylacie przy użyciu areometru.

#### 5.3.9.2. Przyrządy

- a) Zestaw do destylacji alkoholu.
- b) Alkoholomierz z działką elementarną 0,2%.

#### 5.3.9.3. Odczynniki

- a) Wodorotlenek sodowy, roztwór około 10N.
- b) Fenoloftaleina krystaliczna cz.d.a.

5.3.9.4. Wykonanie oznaczania. Do kolby destylowanej pojemności 500 cm<sup>3</sup> odmierzyć pipetą 200 cm<sup>3</sup> octu pobranego z próbki średniej przygotowanej wg 5.2.1.4 i 5.2.2.2, zalkalizować roztworem wodorotlenku sodowego wobec kilku kryształów fenoloftaleiny lub wobec papierka lakmusowego. Zubożony odcet destylować do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>.

Po odebraniu około 80 cm<sup>3</sup> destylatu dopełnić kolbę do kreski wodą. Zawartość kolby wymieszać, przelać do cylindra i zanurzyć w nim alkoholomierz.

Alkoholomierz należy zanurzyć w destylacie tak, aby nie zwilżyć części trzpienia, mającego wystawać ponad ciecz. Alkoholomierz powinien zachować pozycję pionową i nie dotykać ścian cylindra. Odczytu dokonać na skali na poziomie powierzchni płynu wg menisku dolnego. Następnie zmierzyć temperaturę destylatu.

5.3.9.5. Wynik. Odczyt należy sprawdzić do temperatury w jakiej był skalowany alkoholomierz przy użyciu odpowiednich tablic i podzielić przez dwa. Zawartość alkoholu należy podawać z dokładnością do 0,1% obj.

5.3.10. Oznaczanie zawartości alkoholu etylowego w occie spirytusowym zwykłym (metoda miareczkowa bez destylacji)

5.3.10.1. Zasada oznaczania polega na utlenieniu alkoholu etylowego dwuchromianem potasowym w kwaśnym środowisku i odmiareczkowaniu nadmiaru dwuchromianu potasowego roztworem siarczanu żelazowo-amonowego wobec roztworu żelazicyjanku potasowego jako wskaźnika.

#### 5.3.10.2. Odczynniki

a) Dwuchromian potasowy cz.d.a., roztwór wodny: 33,832 g dwuchromianu potasowego ( $K_2Cr_2O_7$ ) w 1000  $cm^3$ .

b) Siarczan żelazowo-amonowy (sól Mohra) cz.d.a. lub cz. i kwas siarkowy stężony cz. (1,84) roztwór wodny: 135,31 g siarczanu żelazowo-amonowego ( $FeSO_4(NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$ ) i 20  $cm^3$  kwasu siarkowego ( $H_2SO_4$ ) w 1000  $cm^3$ .

c) Żelazicyjanek potasowy cz.d.a., roztwór wodny: 1 g żelazicyjanku potasowego ( $K_3Fe(CN)_6$ ) w 100  $cm^3$ .

d) Kwas siarkowy stężony cz. (1,84).

5.3.10.3. Przygotowanie mieszaniny utleniającej. Do kolby stożkowej ze szlifem wprowadzić pipetą dokładnie 20  $cm^3$  roztworu dwuchromianu potasowego oraz cylindrem pomiarowym 10  $cm^3$  stężonego kwasu siarkowego, przy czym kwas siarkowy należy wprowadzić ostrożnie i w ten sposób, aby spłukać roztwór dwuchromianu potasowego ze ścianki kolby (nie należy zmieniać kolejności wprowadzania odczynników), po czym mieszaninę należy ochłodzić.

Do wykonania oznaczania należy przygotować trzy porcje mieszaniny.

5.3.10.4. Wykonanie ślepej próby. Jedną porcję mieszaniny utleniającej przygotowanej wg 5.3.10.3 miareczkować roztworem soli Mohra. Roztwór soli Mohra należy wprowadzać porcjami podczas energicznego mieszania, do momentu wystąpienia barwy brązowoczerwonej. Następnie dodać 3 ÷ 4  $cm^3$  roztworu żelazicyjanku potasowego i kroplami miareczkować, do przejścia barwy zielonej w niebieską. Ślepej próbę należy wykonywać tego samego dnia co analizy.

5.3.10.5. Wykonanie próby właściwej. Do dwóch porcji mieszaniny utleniającej wprowadzić pipetą dokładnie po 5  $cm^3$  badanej próbki, zamknąć kolby doszlifowanymi korkami i odstawić na minimum 25 min do przereagowania. Po tym czasie miareczkować roztworem soli Mohra, dodając pod koniec miareczkowania roztwór żelazicyjanku potasowego tak jak przy miareczkowaniu ślepej próby wg 5.3.10.4. Wyniki obu miareczkowań mogą się różnić najwyżej o 0,2  $cm^3$ .

5.3.10.6. Obliczanie wyników. Zawartość alkoholu etylowego w occie spirytusowym ( $X_2$ ) wyrażoną w procentach objętościowych obliczyć wg wzoru

$$X_2 = 4 \frac{b-a}{b}$$

w którym:

- b - liczba  $cm^3$  roztworu soli Mohra zużyta na miareczkowanie w ślepej próbie.
  - a - liczba  $cm^3$  roztworu soli Mohra zużyta na miareczkowanie próbki właściwej (średnia arytmetyczna wyników z dwóch miareczkowań).
- Wynik podać z dokładnością do 0,01% obj.

5.3.11. Oznaczanie zawartości alkoholu etylowego (metoda miareczkowa z destylacją - metoda odwoławcza)

5.3.11.1. Zasada oznaczania - polega na oddestylowaniu alkoholu etylowego ze zobojętnionego uprzednio octu i oznaczaniu zawartości alkoholu w destylacie metodą miareczkową wg 5.3.10.

5.3.11.2. Przyrządy. Zestaw do destylacji alkoholu.

#### 5.3.11.3. Odczynniki

- a) Wodorotlenek sodowy, roztwór wodny około 10N.
- b) Fenoloftaleina krystaliczna cz.d.a.
- c) Pozostałe odczynniki wg 5.3.10.2.

5.3.11.4. Wykonanie oznaczania. Kolbę pomiarową pojemności 100  $cm^3$  napełnić poniżej kreski badanym octem. Kolbę zanurzyć w łaźni wodnej o temperaturze 20°C. Po upływie 15 min uzupełnić kolbę badanym octem do kreski. Zawartość kolby przenieść bez strat do kolby destylacyjnej pojemności 250  $cm^3$ , używając do trzykrotnego popłukania kolby pomiarowej łącznie około 25  $cm^3$  wody.

Zawartość kolby destylacyjnej należy zobojętnić roztworem wodorotlenku sodowego wobec paru kryształów fenoloftaleiny lub wobec papierka lakmusowego. Jako odbieralnik służy kolba pomiarowa, w której odmierzano ocet do destylacji. Po uzyskaniu destylatu w odbieralniku nieco poniżej kreski przerwać destylację i odbieralnik wstawić na 15 min do łaźni wodnej o temperaturze 20°C. Po tym czasie uzupełnić zawartość kolby do kreski wodą o temperaturze 20°C. W tak przygotowanym destylacie należy wykonać oznaczanie zawartości alkoholu - etylowego wg 5.3.10 z tą różnicą, że po dodaniu próbki destylatu do mieszaniny utleniającej wg 5.3.10.3 można odstawić do przereagowania na krótszy okres czasu, a mianowicie 10 min (kilkakrotne przedłużenie tego czasu nie wpływa na wynik oznaczania).

5.3.11.5. Obliczanie wyników - wg 5.3.10.6.

5.3.12. Oznaczanie zawartości wolnego dwutlenku siarki

5.3.12.1. Zasada oznaczania polega na jodometrycznym miareczkowaniu wolnego dwutlenku siarki.

5.3.12.2. Wykonanie oznaczania. 50  $cm^3$  octu miareczkować 0,02N wodnym roztworem jodu w obecności 2  $cm^3$  2-procentowego roztworu skrobi jako wskaź-

nika aż do wystąpienia barwy niebieskiej utrzymującej się co najmniej przez 30 s.

5.3.12.3. Obliczanie wyników. Zawartość dwutlenku siarki ( $X_3$ ) obliczyć w miligramach na 1000 cm<sup>3</sup> octu wg wzoru

$$X_3 = \frac{0,64 \cdot a \cdot 1000}{50} = 12,8 \cdot a$$

w którym:

- a) - liczba cm<sup>3</sup> ściśle 0,02N roztworu jodu zużyta na zmiareczkowanie próbki,
- 0,64 - liczba miligramów dwutlenku siarki odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> 0,02N roztworu jodu.

5.3.12.4. Wynik. Za wynik przyjęć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 2 mg na 1000 cm<sup>3</sup>.

Wynik podać z dokładnością do 1 mg na 1000 cm<sup>3</sup>.

5.3.13. Oznaczanie zawartości ogólnego dwutlenku siarki

5.3.13.1. Wykonanie oznaczenia. 50 cm<sup>3</sup> octu zalkalizować 10N roztworem wodorotlenku sodowego cz.d.a. wobec czerwonego papierka lakmusowego i pozostawić na 15 min. Następnie dodać 10 ÷ 15 cm<sup>3</sup> około 50-procentowego roztworu kwasu siarkowego cz.d.a. i po dodaniu 2 cm<sup>3</sup> 2-procentowego roztworu skrobi natychmiast zmiareczkować 0,02N roztworem jodu wg 5.3.12.2.

5.3.13.2. Obliczanie wyników - wg 5.3.12.3.

5.3.13.3. Wynik - wg 5.3.12.4.

5.3.14. Wykrywanie obecności kwasów nieorganicznych (mineralnych). Sporządzić wzorcowy roztwór kwasu octowego cz.d.a. o stężeniu około 2 g kwasu octowego w 100 cm<sup>3</sup> roztworu. Pobrać 10 cm<sup>3</sup> roztworu wzorcowego do próbki i dodać 2 krople 0,1-procentowego wodnego roztworu fioletu metylowego. Badany ocet również rozcieńczyć do mocy około 2 g na 100 cm<sup>3</sup>, pobrać 10 cm<sup>3</sup> do próbki i po dodaniu 2 kropli 0,1-procentowego wodnego roztworu fioletu metylowego oraz po dokładnym wymieszaniu zawartości obu próbek porównać zabarwienie. Przy obecności kwasów nieorganicznych występuje zabarwienie niebieskie do zielonego. Ocet zabarwiony należy odbarwić przed analizą przez krótkotrwałe ogrzewanie z kaolinem.

5.3.15. Wykrywanie obecności barwników sztucznych. Do parownicy wlać 10 cm<sup>3</sup> octu, zanurzyć w nim za pomocą szklanej pałeczki kilka białych odtłuszczonych wełnianych nitki. Parownicę umieścić na wrzącej łaźni wodnej i ogrzewać przez 30 min, następnie wyjąć nitki szklaną pałeczką i umieścić je na bibule do odsączenia.

Jeżeli nitki są zabarwione, umieścić je w drugiej parownicy, dodać 10 cm<sup>3</sup> 1-procentowego roztworu amoniaku cz.d.a. i gotować zawartość przez kilka minut. Następnie wyjąć nitki, zawartość parownicy zakwaszyć 10-procentowym roztworem kwasnego siarczanu potasowego cz.d.a., zanurzyć w niej jedną nową odtłuszczoną nitkę, gotować 10 min, wy-

jąć nitkę, opłukać wodą destylowaną i umieścić na bibule.

Wyraźne zabarwienie nitki oznacza, że do octu dodano sztuczny barwnik.

5.3.16. Wykrywanie obecności pirydyny

5.3.16.1. Zasada oznaczania. Metoda polega na barwnej reakcji, jaką daje pirydyna z aniliną w obecności bromku cyjanowego.

5.3.16.2. Przyrządy. Zestaw do destylacji składający się z kolby destylacyjnej okrągłodennej pojemności 500 cm<sup>3</sup>, deflegmatora i chłodnicy spiralnej długości 40 cm.

5.3.16.3. Odczynniki

- a) Wodorotlenek sodowy, roztwór wodny około 30-procentowy.
- b) Kwas siarkowy stężony cz.d.a. (1,84).
- c) Pirydyna cz.d.a.
- d) Anilina świeżo przedestylowana.
- e) Bromek potasowy cz.d.a.
- f) Bromian sodowy cz.d.a.
- g) Cyjanek sodowy cz.

5.3.16.4. Przygotowanie odczynnika bromku cyjanowego. Przygotowanie odczynnika i przeprowadzenie oznaczenia należy wykonać pod wyciągiem, zachowując daleko idącą ostrożność ze względu na bardzo silne działanie trujące odczynnika. Odważyć 1,2 g bromku potasowego, 0,75 g bromianu sodowego i 0,75 g cyjanu sodowego. Całość rozpuścić w 35 cm<sup>3</sup> wody destylowanej. Następnie dodać kroplami 0,8 cm<sup>3</sup> stężonego kwasu siarkowego. Gotowy odczynnik przelać do ciemnej butelki z dozylifowanym korkiem i przechowywać w chłodnym miejscu.

5.3.16.5. Wykonanie oznaczenia. Odmierzyć 100 cm<sup>3</sup> octu do kolby destylacyjnej zestawu, wrzucić perleki szklane, dodać 20 cm<sup>3</sup> 30-procentowego wodorotlenku sodowego i oddestylować 50 cm<sup>3</sup> destylatu. 25 cm<sup>3</sup> destylatu przenieść pipetą do kolby stożkowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>, dodać 4 krople aniliny i 10 kropli odczynnika przygotowanego wg 5.3.16.4 i zamieszać delikatnie, unikając rozbicia kropli aniliny. W obecności pirydyny po kilkunastu minutach roztwór zabarwia się na żółto, a krople aniliny (w zależności od stężenia pirydyny) przybierają zabarwienie pomarańczowe do czerwonego.

Równoległe należy wykonać próby porównawcze z roztworami wzorcowymi pirydyny, zawierającymi w 25 cm<sup>3</sup>: 0,01; 0,05 i 0,10 mg pirydyny oraz próbkę zerową z wodą destylowaną bez pirydyny.

5.3.16.6. Wynik. Próbka octu jest zgodna z wymaganiami, jeśli zabarwienie roztworu badanego jest mniej intensywne od zabarwienia wzorcowego roztworu o zawartości 0,01 mg pirydyny.

5.3.17. Oznaczanie zawartości arsenu - wg PN-59/A-04010.

5.3.18. Oznaczanie zawartości ołowiu - wg PN-59/A-04011.

5.3.19. Oznaczanie zawartości miedzi - wg PN-80/A-04012.

5.3.20. Oznaczanie zawartości cynku - wg PN-80/A-04013.

5.3.21. Oznaczanie zawartości żelaza - wg PN-80/A-04015.

5.3.22. Ocena partii. Partię octu należy uznać za zgodną z normą, jeżeli badania wg 5.1.1 lub wg 5.1.2 dały wyniki zgodne z wymaganiami.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Istotne zmiany w stosunku do PN-64/A-79733

- a) ustalono wymagania dla octu spirytusowego z dodatkiem środków smakowo-aromatycznych,
- b) wyeliminowano oznaczanie zawartości alkoholu etylowego w badaniach niepełnych,
- c) wprowadzono miareczkową metodę oznaczania alkoholu etylowego,
- d) wyeliminowano oznaczanie trwałości octu,

- e) zmieniono parametr zawartości alkoholu etylowego octu 10-procentowym w butelkach w occie luzem,
- f) zwiększono liczbę opakowań pakowanych ogólnie.

2. Wydanie 4 - stan aktualny; Wzrósł 1986;

- a) uaktualniono normy związane,
- b) wprowadzono zmianę 1 - Biuletyn PKNIM nr 6/1975,
- c) usunięto p. 6. Postanowienia przejściowe.