

**Tento výukový materiál je autorským dílem, které je chráněno autorským právem VŠCHT Praha.**

**Některé části přednášky vycházejí z autorských děl třetích osob, která VŠCHT Praha užívá pro účely výuky svých studentů na základě zákonné licence.**

**Obsah této přednášky je určen výlučně pro výuku studentů VŠCHT Praha.**

**Obsah přednášky nesmí být rozmnožován, zaznamenáván, napodobován, publikován ani jinak rozšiřován bez písemného souhlasu majitele autorských práv.**

Autorské právo neporušuje ten student VŠCHT Praha, který výlučně pro svou osobní potřebu zhotoví záznam či napodobeninu díla nebo užije dílo jiným způsobem, který dle zákona autorské právo neporušuje.

**© VŠCHT Praha 2020**



# ANALÝZA MASA A MASNÝCH VÝROBKŮ

## Obsah kapitoly:

- tržní druhy, typy tkání a výrobky
- ukazatele kvality a nezávadnosti
- chemické složení - podle druhu
  - podle typu tkáně
  - podle typu výrobku
- analýza syrových tkání
- analýza masných výrobků



# Tržní a další druhy

**Definice a zdroje masa** – Vyhláška č. 69/2016 Sb.,  
o požadavcích na maso, masné výrobky, produkty rybolovu a  
akvakultury a výrobky z nich, vejce a výrobky z nich ([eagri.cz](http://eagri.cz))  
- novelizuje č. 326/2001 Sb.; ruší č. 264/2003 Sb. a č. 169/2009 Sb.

(Nadřazený předpis: Zákon č. 110/1997 Sb., o potravinách a tabákových výrobcích a o změně a doplnění některých souvisejících zákonů)

**MASO** = části těl různých druhů živočichů, které slouží k lidské výživě  
tzn.: zejména svalovina, ale také šlachy, kosti,  
některé vnitřnosti, kůže, tuk

**Jateční zvířata (chov)** - zemědělská výroba (skot, prasata, ovce,  
kozy, kuřata, krůty, kachny, husy, kapr,  
štika, candát apod.)  
- maločov (pštros, králík apod.)

**Divoká zvířata (lov)** - zvěřina  
- ryby a další vodní živočichové (mořské)

# Ukazatele kvality a nezávadnosti

Kvalita - technologické parametry:

zpracování, zralost, čerstvost, balení

- očekávané/odpovídající složení:

makrosložky, výživové faktory

Nezávadnost - mikrobiologická, chemická:

omezení MO, aditivní látky, kontaminanty



# Typy tkání (syrové maso)

**Svalová - kosterní, srdeční, hladká**

**Tuková - různé umístění a forma**

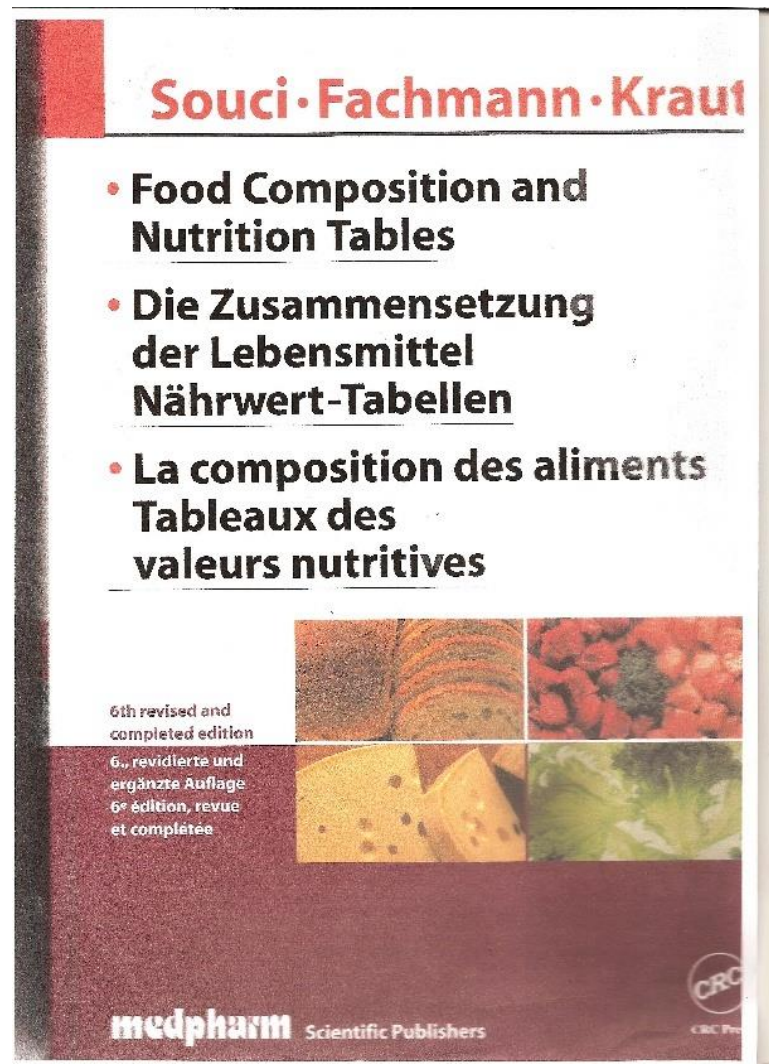
**Pojivová - šlachy, vazy, chrupavky**

**Epitelová – povrch těla**



# Složení potravin a surovin – zdroje informací

- **Publikace - časopisy**
- **Monografie**
- **Technologické učebnice**
- **Normy**
- **Internet**



# Složení masa I (%)

<u>Maso</u>	<u>Voda</u>	<u>Bílkoviny</u>	<u>Tuky</u>	<u>Minerální látky</u>
Čistá svalovina	70-75	18-22	1-3	1-1,5
<b>Vepřové maso</b>				
Kýta	53	15,2	31	0,8
Pečeně	58	16,4	25	0,9
Plec	49	13,5	37	0,7
Bůček	34	7,1	56	0,5
<b>Hovězí maso</b>				
Plec	70,03	21,48	6,95	0,99
Kýta	73,43	20,25	5,04	1,10
Svíčková	71,98	19,36	7,43	1,06
Roštěnec	67,77	20,64	10,31	1,01
Krk	72,36	21,15	5,55	1,03
Kližka	70,85	21,69	6,68	1,02
Žebro	65,04	19,87	14,97	0,95
Bok	67,62	20,83	10,41	1,00
<b>Telecí maso</b>	73,80	21,8	3,8	0,9
<b>Skopové maso</b>	60	16,2	23,0	0,8



# Složení masa II (%)

<u>Druh</u>	<u>Voda</u>	<u>Bílkoviny</u>	<u>Tuky</u>	<u>Minerální látky</u>
<b>Slepice</b>				
tučné	65,5	19,8	13,7	1,0
hubené	70,8	21,4	6,8	0,9
<b>Kuřata</b>				
tučná	67,5	19,8	11,5	1,2
hubená	72,1	22,8	4,0	1,1
<b>Krůty</b>				
tučné	60,0	19,9	19,1	1,0
hubené	66,8	24,0	8,0	1,2
<b>Kachny</b>				
tučné	49,4	13,0	37,0	0,6
hubené	58,7	17,5	22,9	0,9
<b>Husy</b>				
tučné	48,9	12,2	38,1	0,8
hubené	59,4	16,9	22,9	0,9



# Složení masa III - ryby a korýši (%)

<u>Druh</u>	<u>Voda</u>	<u>Bílkoviny</u>	<u>Tuk</u>	<u>Minerální látky</u>
Úhoř	52,2	12,2	27,5	0,87
Sleď	75,1	15,4	7,6	1,64
Treska obecná	82,4	16,0	0,3	1,29
Makrela	70,8	16,9	8,9	1,38
Losos	64,0	21,1	13,5	1,22
Jeseter	78,9	18,1	0,9	1,42
Kril	72-82	13-15,6	1-12	2,2-4,2
Kapr	77,0	19,2	3,6	0,9
Štika	77,9	20,3	1,2	1,2
Tolstolobik	75,7	18,1	5,2	1,4

# Přehled masných výrobků

## A) tepelně opracované

- tepelně opracovaným masným výrobkem se rozumí zpracovaný masný výrobek, u kterého bylo ve všech částech dosaženo minimálně tepelného účinku odpovídajícího působení teploty plus 70 °C po dobu 10 minut
  
- ❖ tradiční drobné masné výrobky (párky, špekáčky, klobásy)
- ❖ měkké salámy (gothajský, šunkový, točený, junior)
- ❖ vařené výrobky (jitrnice, jelita, tlačěnka, játrový salám)
- ❖ tzv. speciality (debrecínská pečeně)
- ❖ uzená masa (pokud bylo dosaženo příslušného účinku)
- ❖ sekaná

# Přehled masných výrobků

## B) tepelně opracované (trvanlivé)

- Jako A) + navazujícím technologickým opracováním, zráním, uzením nebo sušením za definovaných podmínek došlo k poklesu aktivity vody na hodnotu  $a_w(\text{max.}) = 0,93$  a k prodloužení minimální doby trvanlivosti na 21 dní při teplotě skladování plus 20 °C a za případně dalších skladovacích podmínkách
- ❖ turistický trvanlivý salám, vysočina, selský salám
- ❖ je nutné je udržet v suchu, pokud možno bez střídání teplot (orosení – plíseň na povrchu)

# Přehled masných výrobků

## C) tepelně neopracované k přímé spotřebě

- tepelně neopracovaným masným výrobkem se rozumí zpracovaný masný výrobek určený k přímé spotřebě bez další úpravy, u něhož ve všech částech neproběhlo tepelné opracování surovin ani výrobku odpovídající působení teploty plus 70 °C po dobu 10 minut
  
- ❖ zachovávají si typickou chuť syrového masa
- ❖ jejich výroba náročná na dokonalou hygienu a zachování chladicího řetězce
  
- ❖ čajovky

# Přehled masných výrobků

## D) tepelně neopracované k tepelné kuchyňské úpravě

- ❑ tepelně neopracovaným masným výrobkem se rozumí zpracovaný masný výrobek určený k tepelné kuchyňské úpravě, u něhož ve všech částech neproběhlo tepelné opracování surovin ani výrobku odpovídající působení teploty plus 70 °C po dobu 10 minut
- ❖ klobásky určené ke smažení nebo zapékání do těsta (např. vinné nebo bílé, směsi na sekanou)
- ❖ uzená masa, u nichž nebylo během uzení dosaženo parametrů požadovaných pro skupinu tepelně opracovaných výrobků – tyto výrobky lze konzumovat až po tepelné úpravě

# Přehled masných výrobků

## E) fermentované

- fermentovaným trvanlivým masným výrobkem se rozumí zpracovaný masný výrobek tepelně neopracovaný určený k přímé spotřebě, u kterého v průběhu fermentace, zrání, sušení, popřípadě uzení za definovaných podmínek došlo ke snížení aktivity vody na hodnotu  $a_w(\text{max.}) = 0,93$ , s minimální dobou trvanlivosti 21 dní při teplotě plus 20 °C a za případně dalších skladovacích podmínek
- ❖ nejsou tepelně opracovány – údržnosti dosaženo snížením pH (tvorba kyseliny mléčné) a následným sušením
- ❖ poličan, uherský salám, čabajská klobása, lovecký salám
- ❖ je nutné je udržet v suchu, pokud možno bez střídání teplot (orosení – plíseň na povrchu)

# Přehled masných výrobků

## F) konzervy

- ❑ Konzervy musí být tepelně ošetřeny ve všech částech na teplotu, jejíž účinky odpovídají účinkům teploty 121 °C působící po dobu nejméně 10 minut
- ❖ maso, masné výrobky popř. kombinace s dalšími potravinami - hermeticky uzavřené v obalu (sklo, plech, plast), které bylo v autoklávu vysterilováno na výše uvedený sterilační efekt – inaktivace MO včetně spor
- ❖ údržné dlouhou dobu při teplotě místnosti, uvedeno na obale
- ❖ vepřové nebo hovězí ve vlastní šťávě, párky či buřty v konzervě, luncheon meat



# Přehled masných výrobků

## G) polokonzervy

- ❑ Polokonzervy musí být tepelně ošetřeny ve všech částech na teplotu, jejíž účinky odpovídají účinkům teploty 100 °C působící po dobu nejméně 10 minut
  
- ❖ podobně jako konzervy, avšak nesplňují požadavek sterilačního účinku
  - uvedeno na obale (běžně 3 měsíce, do 15 °C)
  
- ❖ párky v konzervě, šunky v plechových obalech



# Složení vybraných masných výrobků

<i>Název výrobku</i>	<i>voda (%)</i>	<i>bílkoviny (%)</i>	<i>tuky (%)</i>	<i>thiamin (mg.kg<sup>-1</sup>)</i>	<i>riboflavin (mg.kg<sup>-1</sup>)</i>	<i>energie (kJ.kg<sup>-1</sup>)</i>
<b>Poličan</b>	25,9	16,8	48,0	4,47	1,80	22 320
<b>Turistický salám</b>	37,0	14,5	43,5	2,22	1,53	19 360
<b>Čajovka</b>	39,5	14,7	43,2	3,66	1,17	18 900
<b>Vysočina</b>	39,3	21,4	36,0	3,84	1,82	17 250
<b>Selský salám</b>	45,3	15,3	39,3	3,00	1,74	16 650
<b>Gothajský salám</b>	50,5	13,9	34,0	2,21	1,43	15 400
<b>Jaternice</b>	50,7	15,0	31,6	0,86	3,03	14 830
<b>Tlačenka světlá</b>	57,2	14,1	27,8	0,90	1,40	12 860
<b>Šunkový salám</b>	65,0	18,6	16,1	6,20	2,03	9 200
<b>Dušená šunka</b>	69,2	20,7	9,0	7,11	1,76	6 840

# Potravinářské přísady a pomocné látky

- ❖ mající charakter poživatin - běžná složka masných výrobků jejich použití většinou nepodléhá zvláštnímu povolení: solící směsi, koření, mouka, škrob, bílkovinné přísady a pitná voda
- ❖ látky povolené k použití - nejsou běžnou složkou, zlepšují technologické vlastnosti a senzorické ukazatele: např. kyselina askorbová (zlepšení barvy), polyfosfátové přípravky (zlepšení textury), různé ochucovací látky - použití regulováno



# Výrobky - vliv zpracování na analýzu

**Tepelně opracované X vyrobené za studena**

**Trvanlivé X netrvanlivé**

**Jednodruhové – sušené maso, uzené maso, marinované ryby**

**Mleté a vícedruhové – uzeniny, paštiky, konzervy**

**S nemasnými přísadami – hotová jídla, rybí saláty**



# Syrové tkáně - fyzikální a chemické parametry (Ia)

## Čerstvost

**Celkový vzhled, barva, zápach**

**Stanovení vaznosti masa: vylisování volné vody (plocha/hmotnost)**

**Stanovení celkového těkavého dusíku (včetně amoniaku):  
destilace s vodní párou po alkalizaci - zpětná titrace**

< 20 mg N / 100 g - dobrá kvalita

~ 30 mg N / 100 g - špatná kvalita

> 40 mg N / 100 g - nepoživatelná

**Stanovení těkavých aminů:**

**trimethylaminu (TMA) a dimethylaminu (DMA):**

**destilace s vodní párou po alkalizaci - titr., SPFM, GLC**

**Stanovení hypoxanthinu po převedení na močovou kyselinu:  
SPFM**

**Stanovení biogenních aminů (histamin, agmatin, spermidin):  
HPLC, MEKC, ELISA, GLC**



# Syrové tkáně - fyzikální a chemické parametry (Ib)

## Čerstvost

Stanovení pH: přímé vpichové pH metry

Stanovení volných mastných kyselin ve vyextrahovaném tuku:  
GC-FID, HPLC-UV

Stanovení peroxidového čísla pro vyextrahovaný tuk

Stanovení žluklosti vyextrahovaného tuku (TBA hodnota)  
(2-thiobarbiturová k. + malondialdehyd + HCl nebo  $\text{CCl}_3\text{COOH}$   
→ červený produkt - SPFM 530 nm)



# Syrové tkáně - fyzikální a chemické parametry (IIa)

## Kvalita

**Bílkoviny, dusík: Kjeldahlova metoda a další**

**Extrahovatelný tuk: Soxhletova extrakce**

**Celkový tuk: po hydrolýze HCl**

**Obsah vody: sušení**

**Aktivita vody: rovnovážná relativní vlhkost - elektronické hygrometry**

**Popel a sůl: 550 - 660 °C**



# Syrové tkáně - fyzikální a chemické parametry (IIb)

## Kvalita

Hydroxyprolin: SPFM

Askorbová kyselina: titr., SPFM

Vitaminy - SPFM, FLD, HPLC

Cholesterol

Močovina a amonné soli: enzymaticky

Glutamová kyselina: enzymaticky

Celkový kreatinin: SPFM



# Syrové tkáně - fyzikální a chemické parametry (III)

## Nezávadnost

**Aditiva:**

**sůl, dusitany, dusičnany, polyfosfáty, rostlinné bílkoviny**

**Kontaminanty:**

**pesticidy, průmyslové kontaminanty, kovy, antibiotika**





# Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] - A

## Stanovení dusíku (celkových bílkovin)

ČSNISO	1871	560020	1.9.2010	Zemědělské a potravinářské výrobky. Obecné pokyny pro stanovení dusíku metodou podle Kjeldahla.
--------	------	--------	----------	---

Obecné pokyny - různé matrice, testování aparatury, řešení problémů

ČSNISO	937	576023	1.6.2002	Maso a masné výrobky - Stanovení obsahu dusíku (Referenční metoda).
--------	-----	--------	----------	---

Stanovení podle Kjeldahla: mineralizace -  $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{K}_2\text{SO}_4 + \text{CuSO}_4 \rightarrow (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$

destilace  $\text{NH}_3$  po alkalizaci  $\text{NaOH} \rightarrow \text{H}_3\text{BO}_3$

titrace  $\text{HCl}$  (pH 5,4 - indikace směsí - methylčerveň a methylmodř)

Výpočet:  $\text{N}(\%) = 0,0014 \times (\text{V1} - \text{V0}) \times 100 / m$

V1, V0 - spotřeba 0,1M  $\text{HCl}$  pro vzorek a slepý pokus, m - navážka vzorku v g



# Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] - Ba

## Stanovení dusičnanů a dusitanů

ČSNEN	12014-1 Změna A1	560021	1.8.1998 1.9.2000	Potraviny - Stanovení obsahu dusičnanů a/nebo dusitanů - Část 1: Všeobecné požadavky.
ČSNEN	12014-3	560021	1.12.2005	Potraviny - Stanovení obsahu dusičnanů a/nebo dusitanů - Část 3: Spektrometrické stanovení obsahu dusičnanů a dusitanů ve výrobcích z masa po enzymatické redukci dusičnanů na dusitany.

Stanovení  $\text{NO}_2^-$  před a po redukci  $\text{NO}_3^-$ , rozdíl = obsah  $\text{NO}_3^-$

Redukce: nitrát reduktáza

Reakce: sulfanilamid a N-(1-naftyl)ethylendiamoniumdichlorid

→ červené azobarvivo - SPFM: 540 nm

Testováno pro rozsah 20-150 mg/kg, vzorek: párky

Výpočet:  $w(\text{NaNO}_2) = X_{\text{NO}_2} \times 1000 \times 1,50 / m$

$w(\text{NaNO}_3) = (X_{\text{total-NO}_2} - X_{\text{NO}_2}) \times 1000 \times 1,85 / m$

$X_{\text{NO}_2}$ ,  $X_{\text{total-NO}_2}$  - absolutní množství z kalibrace před a po redukci, m - navážka v g

# Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] - Bb

## Stanovení dusičnanů a dusitanů

ČSNEN	12014-4	560021	1.12.2005	Potraviny - Stanovení obsahu dusičnanů a/nebo dusitanů - Část 4: IC metoda stanovení obsahu dusičnanů a dusitanů ve výrobcích z masa.
-------	---------	--------	-----------	---

Extrakce  $\text{NO}_2^-$  a  $\text{NO}_3^-$  horkou vodou (50-60 °C)

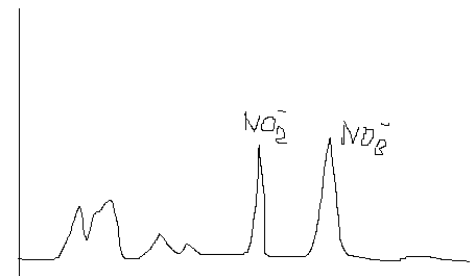
Čiření podle Carreze → promytí acetonitrilem → filtrace

Analýza: HPLC - SAX (polymethakrylátová pryskyřice se zakotvenou kvartérní amonnou funkční skupinou), detekce UV - 205 nm

mobilní fáze: pufr Li-borátový + acetonitril, pH 6,5

Testováno pro rozsah 50-300 mg/kg  $\text{NO}_3^-$ , 40 mg/kg  $\text{NO}_2^-$ , vzorek: hovězí maso

Výpočet: kalibrace na základě chromatografické analýzy



# Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] - Ca

## Stanovení vitaminů

ČSNEN	14122	560046	1.1.2015	Potraviny - Stanovení vitamínu B1 metodou HPLC.
-------	-------	--------	----------	---

### Stanovení thiaminu včetně fosforylovaných forem

Thiamin chlorid hydrochlorid -  $C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$

Thiamin monofosfát chlorid -  $C_{12}H_{17}ClN_4O_4PS$

Thiamin pyrofosfát chlorid -  $C_{12}H_{19}ClN_4O_7P_2S$

Kyselá hydrolyza: HCl nebo  $H_2SO_4$  - 60 min při  $100^\circ C$

nebo 30 min při  $121^\circ C$  (v autoklávu)

Úprava na pH 4 (octan sodný)

Defosforylace diastázou: 100 mg/g vzorku - 16h při  $37-43^\circ C$

Oxidace na thiochrom: hexakvanoželezitan draselný v alkalickém prostředí

Analýza: HPLC/FLD - reverzní fáze, m.f.: fosfátový pufr a methanol

FLD:  $Ex = 366 \text{ nm}$ ,  $Em = 420 \text{ nm}$



# Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] - Cb

## Stanovení vitaminů

ČSNEN	12821	560047	1.12.2012	Potraviny - Stanovení vitaminu D metodou vysokoúčinné kapalinové chromatografie - Stanovení cholekalciferolu (D3) nebo ergokalciferolu (D2).
-------	-------	--------	-----------	--

Nutno chránit před UV zářením a oxidací

Zmýdelnění: (tabulka alternativ)

např.: 8g tuku + 100ml EtOH + 1g askorbátu sodného  
+ 0,04 Na<sub>2</sub>S + 12g KOH  
+ 50 ml H<sub>2</sub>O + promývání dusíkem - 80°C, 30 min

Extrakce: PE + DEE - 2x 100 ml, promytí H<sub>2</sub>O - 5x 100 ml

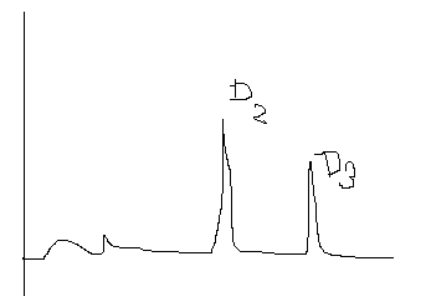
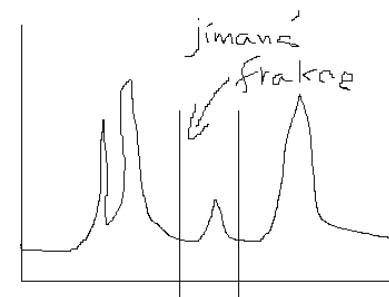
Stanovení:

a) Frakcionace pomocí NPLC

např.: n-hexan + isopropanol (95+5) na koloně Lichrospher Si 60

b) Analýza pomocí RPLC/UV (265nm)

např.: MeOH + H<sub>2</sub>O (95+5) na koloně Lichrospher 100 RP 18



# Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] - Cc

## Stanovení vitaminů

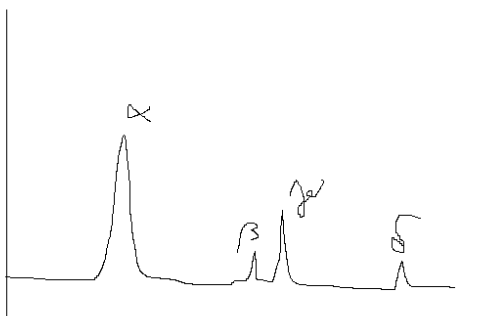
ČSNEN	12822	560055	1.1.2015	Potraviny - Stanovení vitaminu E metodou vysokoúčinné kapalinové chromatografie - Měření alfa, beta, gama, a delta-tokoferolu.
-------	-------	--------	----------	--

Extrakce podle typu vzorku:

A) obsahuje neesterifikované tokoferoly: rozpustíme v n-hexanu

B) různé formy: zmýdelníme za přídavku antioxidantu - askorbová k., BHT apod.  
extrahujeme n-hexanem

Stanovení: NPLC/UV (295 nm) nebo FLD, m.f.: n-hexan, s.f.: silikagel



# Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] - Cd

## Stanovení vitaminů

ČSNEN	12823-1	560048	1.12.2014	Potraviny - Stanovení vitaminu A metodou vysokoúčinné kapalinové chromatografie - Část 1: Stanovení all-E-retinolu a 13-Z-retinolu.
ČSNEN	12823-2	560048	1.10.2002	Potraviny - Stanovení vitaminu A metodou vysokoúčinné kapalinové chromatografie - Část 2: Stanovení beta-karotenu.
ČSN	560051	560051	14.9.1987	Stanovení niacinu (kyseliny nikotinové).
ČSNEN	14148	560053	1.1.2004	Potraviny - Stanovení vitaminu K1 metodou HPLC.
ČSNEN	14164	560056	1.11.2014	Potraviny - Stanovení vitaminu B6 metodou vysokoúčinné kapalinové chromatografie.
ČSN	560057	560057	6.1.1981	Stanovení folacinu v poživatinách.
ČSN	560058	560058	24.9.1982	Stanovení vitaminu B12 v poživatinách.
ČSN	560060	560060	8.4.1983	Stanovení kyseliny pantothenové v poživatinách.
ČSNEN	14152	560071	1.1.2015	Potraviny - Stanovení vitaminu B2 metodou vysokoúčinné kapalinové chromatografie.

# Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] – Da

## Stanovení vody a tuku

ČSN	576021	576021	1.8.1999	Metody zkoušení výrobků z masa a sterilovaných pokrmů v konzervách - Stanovení obsahu vody (Referenční metoda).
-----	--------	--------	----------	---

Sušení po rozetření s pískem -  $103 \pm 2$  °C do úbytku < 0,1 %

## Stanovení chloridů

ČSNISO	1841-1	576022	1.5.1999	Maso a masné výrobky - Stanovení obsahu chloridu - Část 1: Volhardova metoda.
ČSNISO	1841-2	576022	1.5.1999	Maso a masné výrobky - Stanovení obsahu chloridu - Část 2: Potenciometrická metoda.



# Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] – Db

## Stanovení tuku

ČSNISO	1443	570147	1.9.1994	Maso a masné výrobky. Stanovení celkového obsahu tuku.
--------	------	--------	----------	--

Uvolnění absorbovaných a vázaných lipidů - povaření se zředěnou HCl

→ filtrace → extrakce zfiltrované matrice včetně filtru → vysušení → zvážení

Kontrola: následná opakovaná extrakce - zbylé lipidy < 1%

ČSNISO	1444	576020	1.12.1997	Maso a masné výrobky - Stanovení obsahu volného tuku.
--------	------	--------	-----------	---

Extrakce n-hexanem (SOXTEC) → vysušení → zvážení

# Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] - E

## Analýzy masných výrobků

ČSNISO	2917	570166	1.1.2016	Maso a masné výrobky - Měření pH - Referenční metoda.
ČSNISO	936	570185	1.1.2016	Maso a masné výrobky - Stanovení celkového popela.

# Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] - F

## Analýza ryb a vodních živočichů

ČSN	560634	560634	1.4.2006	Ryby a vodní živočichové - Terminologie.
ČSN	570146-3	570146	28.1.1982	Metody zkoušení ryb, rybích výrobků a rybích konzerv. Stanovení hmotnosti obsahu a hmotnostního podílu složek.
ČSN	575001	575001	1.8.2003	Směrnice pro sensorické posuzování ryb a ostatních mořských živočichů v laboratořích.
ČSN	575011	575011	1.8.2001	Zmrazení humři.
ČSN	575012	575012	1.8.2001	Zmrazené rybí tyčinky (rybí prsty), rybí porce a rybí filety obalované ve strouhance nebo těstíčku.
ČSN	575013	575013	1.8.2001	Zmrazené bloky rybích filetů, drceného rybího masa a směsi filetů a drceného masa.
ČSN	575014	575014	1.8.2001	Krevety - konzerva.
ČSN	575015	575015	1.8.2001	Krabí maso - konzerva.
ČSN	575016	575016	1.8.2001	Tuňák a tunec - konzerva.
ČSN	575017	575017	1.8.2001	Sardinky a výrobky typu sardinek - konzerva.
ČSN	575018	575018	1.8.2002	Losos - konzerva.
ČSN	575019	575019	1.8.2002	Rybí konzervy.
ČSN	575020	575020	1.8.2002	Zmrazené rybí filety.
ČSN	575021	575021	1.8.2002	Zmrazené syrové olihně.
ČSN	575022	575022	1.8.2002	Zmrazené ryby nekuchané a kuchané.
ČSN	575023	575023	1.8.2002	Sušené žraločí ploutve.

# Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] – G1

## Analýza živočišných tuků

ČSNENISO	9832	580131	1.2.2004	Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Stanovení obsahu zbytkového technického hexanu.
ČSNENISO	3657	580132	1.5.2015	Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Stanovení čísla zmýdelnění.
ČSNENISO	5555	588752	1.7.2002	Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Odběr vzorků.
ČSNENISO	661	588753	1.1.2011	Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Příprava vzorku k analýze.
ČSNENISO	6321	588755	1.11.2002	Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Stanovení bodu tání v otevřené kapiláře (bod tání posunem).
ČSNISO	660	588756	1.6.2015	Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Stanovení čísla kyselosti a kyselosti.
ČSN	588760	588760	1.12.1994	Živočišné a rostlinné tuky a oleje. Stanovení popela.
ČSNENISO	3961	588761	1.4.2015	Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Stanovení jodového čísla.
ČSNENISO	6885	588777	1.1.2008	Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Stanovení anisidinového čísla.
ČSNENISO	27107	588778	1.6.2015	Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Stanovení peroxidového čísla - Potenciometrické stanovení koncového bodu.
ČSNENISO	6320	588779	1.3.2001	Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Stanovení indexu lomu.

# Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] – G2

## Analýza živočišných tuků

ČSNENISO	3960	588765	1.3.2015	Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Stanovení peroxidového čísla -Jodometrické (vizuální) stanovení koncového bodu.
ČSNENISO	12966-1	588767	1.7.2015	<i>Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Plynová chromatografie methylesterů mastných kyselin - Část 1: Směrnice pro moderní plynovou chromatografii methylesterů mastných kyselin</i>
ČSNENISO	12966-2	588767	1.4.2015	<i>Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Část 2: Příprava methylesterů mastných kyselin.</i>
ČSNENISO	12966-3	588767	1.4.2015	<i>Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Plynová chromatografie methylesterů mastných kyselin - Část 3: Příprava methylesterů pomocí hydroxidu trimethylsulfonia (TMSH).</i>
ČSNENISO	12966-4	588767	1.1.2016	<i>Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Stanovení methylesterů mastných kyselin plynovou chromatografií - Část 4: Metoda kapilární plynové chromatografie.</i>
ČSNENISO	8292-1	588768	1.9.2010	Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Stanovení obsahu tuhého tuku metodou pulzní NMR - Část 1: Přímá metoda.
ČSNENISO	8292-2	588768	1.9.2010	Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Stanovení obsahu tuhého tuku metodou pulzní NMR - Část 2: Nepřímá metoda.



# Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] – G2a

## Analýza živočišných tuků

ČSNENISO	12966-1	588767	1.7.2015	Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Plynová chromatografie methylesterů mastných kyselin - <u>Část 1: Směrnice pro moderní plynovou chromatografii methylesterů mastných kyselin.</u>
----------	---------	--------	----------	--

### Technické specifikace pro aplikaci plynové chromatografie:

- kolony - kapilární
- nástřikové techniky - on-column; split/splitless
- detektory - FID; MSD
- analýza a vyhodnocení

### Příklady:

Kapilární kolony: modif. polysiloxany (kyanoalkyl); PEG (Supelcowax)  
délka 10-100 m; průměr 0,2-0,53 mm;  $d_f = 0,1-0,3 \mu\text{m}$

Vyhodnocení: metoda vnitřní normalizace

- korekční faktory nejsou nutné pro C 16-22, ale vždy, když je cílem vysoká přesnost a při obsahu laurové k. a rybí oleje



# Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] – G2b

## Analýza živočišných tuků

ČSNENISO	12966-2	588767	1.4.2015	Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Plynová chromatografie methylesterů mastných kyselin - <u>Část 2: Příprava methylesterů mastných kyselin.</u>
----------	---------	--------	----------	--

### Alternativní metody přípravy methylesterů:

- a) „rychlá“ transmethylace za bazických podmínek - MeOH + KOH  
běžná analýza + laurové oleje; vhodná pro  $\geq C4:0$ ; nevhodná pro FFA
- b) „obecná“ transmethylace/methylace za postupných bazických a kyselých podmínek
1. var s MeOH + MeONa - transmethylace/saponifikace FFA,
  2. var s MeOH + H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> - methylace FFA  
- obecně použitelná, ne pro laurové oleje
- c) transmethylace/methylace bortrifluoridem (BF<sub>3</sub>)
1. var s MeOH + NaOH - transmethylace/saponifikace FFA,
  2. var s BF<sub>3</sub> → esterifikace FFA
- d) alternativní postup transmethylace glyceridů pomocí kyselé katalýzy  
V zatavené ampuli se zahřívá vzorek s MeOH + H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> - transmethylace/methylace FFA

# Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] – G2c

## Analýza živočišných tuků

ČSNENISO	12966-3	588767	1.4.2015	Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Plynová chromatografie methylesterů mastných kyselin - <u>Část 3: Příprava methylesterů pomocí hydroxidu trimethylsulfonia (TMSH).</u>
----------	---------	--------	----------	---

Vzorek se rozpustí v *terc*-butyl-methyl-etheru (TBME) + MeOH roztok hydroxidu TMSH

→ transesterifikace + vznik solí FFA → nástřik do GC - injektor minimálně 250 °C

→ pyrolýza solí FFA na methylestery + pyrolýza činidla na MeOH a dimethylsulfid





# Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] – G2d

## Analýza živočišných tuků

ČSNENISO	12966-4	588767	1.1.2016	Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Stanovení methylesterů mastných kyselin plynovou chromatografií - <u>Část 4: Metoda kapilární plynové chromatografie.</u>
----------	---------	--------	----------	--

1. Používání referenčních směsí čistých methylesterů mastných kyselin (FAMES)
2. Používání interních standardů  
TAG-IS a FAME - kontrola esterifikačního procesu  
Doporučené: TAG - C21:0; FAMES - C11:0, C17:0, C19:0, C21:0, C23:0
3. Kapilární kolony  
Doporučená: d=100 m; id=0,25 mm; d<sub>f</sub>=0,20 um
4. Nosný plyn: helium
5. Nástřikové rozpouštědlo: n-heptan, n-hexan, isooktan
6. Rámcové podmínky separace: T-injektor = 250 °C; T-detektor = 250 °C; T-pec = programovaná - 120 °C do 240 °C (4 °C/min), drženo 7 min; průtok 1ml/min; split = 1:100; V-nástřik = 1 ul (ekvivalent 15-20 ug FAME)
7. Výpočet zastoupení FAME - vnitřní normalizace (aplikace korekčních faktorů)  
- tabelované teoretické korekční faktory vztažené na C21:0
8. Příklady chromatogramů, separace na různých kolonách, mezilaboratorního porovnání



# Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] – G3

## Analýza živočišných tuků

ČSNENISO	663	588780	1.5.2009	Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Stanovení obsahu nerozpustných nečistot.
ČSNISO	7366	588781	1.12.1994	Živočišné a rostlinné tuky a oleje. Stanovení obsahu 1-monoacylglycerolů a glycerolu.
ČSNENISO	12228-1 12228-2	588800	1.3.2015 1.3.2015	Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Stanovení obsahu jednotlivých a celkových sterolů - Metoda plynové chromatografie.
ČSNENISO	662	588801	1.8.2001	Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Stanovení vlhkosti a těkavých látek.
ČSNENISO	3596	588802	1.4.2002	Metody zkoušení tuků a olejů - Stanovení nezmýdelnitelného podílu - Metoda diethyletherové extrakce.
ČSNENISO	18609	588803	1.4.2002	Metody zkoušení tuků a olejů - Stanovení mezmýdelnitelného podílu - Metoda používající extrakci hexanem.
ČSNENISO	16931	588805	1.9.2009	Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Stanovení polymerizovaných triglyceridů pomocí vysokoúčinné vylučovací chromatografie (HPSEC).
ČSNENISO	15301	588806	1.7.2002	Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Stanovení sedimentu v surových tucích a olejích - Metoda s odstředivkou.
ČSNENISO	10539	588807	1.11.2002	Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Stanovení alkality.
ČSNENISO	8420	588809	1.11.2002	Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Stanovení obsahu polárních látek.



# Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] – G5

## Analýza živočišných tuků

ČSNEN	14104	588811	1.10.2004	Deriváty tuků a olejů - Methylestery mastných kyselin - Stanovení čísla kyselosti.
ČSNEN	14105	588812	1.9.2011	Deriváty tuků a olejů - Methylestery mastných kyselin - Stanovení obsahu volného a celkového glycerolu a mono-, di- a triglyceridů.
ČSNEN	14106	588813	1.10.2004	Deriváty tuků a olejů - Methylestery mastných kyselin - Stanovení obsahu volného glycerolu.
ČSNEN	14110	588817	1.12.2004	Deriváty tuků a olejů - Methylestery mastných kyselin - Stanovení obsahu methanolu.
ČSNEN	14111	588818	1.12.2004	Deriváty tuků a olejů - Methylestery mastných kyselin - Stanovení jodového čísla.
ČSNEN	14112	588819	1.12.2004	Deriváty tuků a olejů - Methylestery mastných kyselin - Stanovení oxidační stability (zrychlený oxidační test).
ČSNENISO	13884	588821	1.3.2006	Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Stanovení izolovaných trans izomerů metodou infračervené spektrometrie.

# Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] – G5a

## Analýza živočišných tuků

ČSNENISO	19219	588820	1.7.2004	Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Stanovení viditelných stop sedimentu v surových tucích a olejích.
----------	-------	--------	----------	--

### Gravitační separace a vyjádření objemu sedimentu

Vzorek se naplní do speciální nádoby - kalibrace objemu ve spodní

zúžené (kónické) části

Nechá se sedimentovat: 96 h při  $t=20^{\circ}\text{C}$  nebo  $> 10^{\circ}\text{C}$  než b.t.

- podle toho, která teplota je vyšší

