

PRZYPRAWY KORZENNE	NORMA BRANŻOWA WYMAGANIA IMPORTOWE	BN-79 8192-02
	Przyprawy korzenne Oznaczanie wyciągu	
		Grupa katalogowa XII 55

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody oznaczania zawartości wyciągu wodnego, alkoholowego i nietłotnego wyciągu eterowego w przyprawach korzennych.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę stosuje się do oznaczania wyciągu w przyprawach korzennych w imporcie i obrocie.

1.3. Określenia

1.3.1. Wyciąg wodny — substancja rozpuszczalna w wodzie, wyekstrahowana z próbki zimną wodą w warunkach określonych metodą.

1.3.2. Wyciąg alkoholowy — substancja rozpuszczalna w etanolu, wyekstrahowana z próbki rozpuszczalnikiem w warunkach określonych metodą.

1.3.3. Wyciąg eterowy nietłoty — substancja rozpuszczalna w eterze etylowym, wyekstrahowana z próbki rozpuszczalnikiem w warunkach określonych metodą.

2. METODY OZNACZANIA

2.1. Oznaczanie wyciągu wodnego

2.1.1. Zasada oznaczania polega na ekstrakcji próbki zimną wodą, sączeniu, suszeniu i ważeniu pozostałości.

2.1.2. Aparaty i przyrządy

- Kolba pomiarowa pojemności 100 cm³.
- Pipeta pojemności 50 cm³.
- Tygiel płaski pojemności 50 cm³.
- Parownica porcelanowa pojemności 100 cm³.
- Suszarka z termoregulacją w zakresie 103 ± 2°C.
- Waga analityczna.

2.1.3. Pobieranie i przygotowanie próbki do analizy. Pobieranie próbek — wg BN-79/8132-17. Przygotowanie zmielonej próbki do analizy — wg BN-78/8132-18.

2.1.4. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 2 g zmielonej próbki z dokładnością do 0,001 g, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej za pomocą zimnej wody destylowanej i uzupełnić jej zawartość do kreski. Kolbę zamknąć korkiem i wytrząsać łącznie 8 h, stosując przerwy przewidziane instrukcją użytkowania aparatu, a następnie pozostawić do odstania na 16 h. Po tym czasie zawartość kolby przesączyć przez suchy, średni sączek. Pobrać pipetą 50 cm³ przesączu do tygla wysuszonego uprzednio do stałej masy w temperaturze 103 ± 2°C i odparować jego zawartość do sucha na łaźni wodnej. Następnie umieścić tygiel wraz z pozostałością w suszarce w temperaturze 103 ± 2°C i suszyć do stałej masy.

Różnica między dwoma kolejnymi ważeniami, po upływie 1-godzinnych okresów suszenia, nie powinna być wyższa niż 0,002 g. Zanotować ostateczną masę.

2.1.5. Obliczanie wyników

a) zawartość wyciągu wodnego (X) w próbce, wyrażoną w % wag. obliczyć wg wzoru

$$X = m_1 \cdot \frac{100}{50} \cdot \frac{100}{m_0} \quad (1)$$

w którym:

m_1 — masa wysuszonej pozostałości, g,
 m_0 — masa odważki, g,

b) zawartość wyciągu wodnego (X_1) w próbce, wyrażoną w % wag. suchej masy próbki obliczyć wg wzoru

$$X_1 = m_1 \cdot \frac{100}{50} \cdot \frac{100}{m_0} \cdot \frac{100}{100 - H} \quad (2)$$

w którym:

m_0 , m_1 — jak we wzorze (1),

H — zawartość wody oznaczona wg BN-78/8132-19, %.

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

Zgłoszona przez Ministerstwo Handlu Zagranicznego i Gospodarki Morskiej — Centralny Inspektorat Standaryzacji
 Ustanowiona przez Dyrektora Centralnego Inspektoratu Standaryzacji dnia 25 sierpnia 1979 r. Zarządzeniem nr 259/N/79
 jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1980 r.
 (Dz. Norm. i Miar nr 22/1979 poz. 99)

wartości bezwzględnej. Wynik podać z dokładnością do drugiego miejsca dziesiętnego.

2.2. Oznaczanie wyciągu alkoholowego

2.2.1. Zasada oznaczania polega na ekstrakcji próbki alkoholem etylowym, sączeniu, suszeniu i ważeniu pozostałości.

2.2.2. Aparaty i przyrządy — wg 2.1.2.

2.2.3. Odczynniki. Alkohol etylowy 95% obj.

2.2.4. Pobieranie i przygotowanie próbki do analizy — wg 2.1.3.

2.2.5. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2 g zmielonej próbki z dokładnością do 0,001 g. Przygotowaną odważkę przenieść ilościowo do kolby pomiarowej przy użyciu alkoholu etylowego i dopełnić zawartość do kreski. Kolbę zamknąć korkiem i wytrząsać łącznie 8 h, stosując przerwy przewidziane instrukcją użytkowania aparatu, a następnie pozostawić do odstania na 16 h. Po tym czasie zawartość kolby przesączyć przez suchy, średni sączek. Pobrać pipetą 50 cm³ otrzymanego przesączu, przenieść do parownicy uprzednio wysuszonej w temperaturze 103 ± 2°C i odparować do sucha na łaźni wodnej. Następnie parownicę wraz z pozostałością umieścić w suszarce w temperaturze 103 ± 2°C i suszyć do stałej masy.

Różnica między 2 kolejnymi ważeniami, po upływie 1-godzinnych okresów suszenia, nie powinna być wyższa niż 0,002 g. Zanotować ostateczną masę.

2.2.6. Obliczanie wyników — wg 2.1.5.

2.3. Oznaczanie nielotnego wyciągu eterowego

2.3.1. Zasada oznaczania polega na ekstrakcji próbki eterem etylowym, wydzieleniu lotnej frakcji, suszeniu nielotnej pozostałości i ważeniu.

2.3.2. Aparaty i przyrządy

a) Aparat do ekstrakcji ciągłej.

b) Suszarka z termoregulacją w zakresie 110 ± 1°C.

c) Waga analityczna.

2.3.3. Odczynniki. Eter etylowy bezwodny, wolny od nadtlenu.

2.3.4. Pobieranie i przygotowanie próbki do analizy — wg 2.1.3.

2.3.5. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 2 g zmielonej próbki z dokładnością do 0,001 g i przenieść ilościowo do gilzy ekstrakcyjnej. Przygotowaną odważkę ekstrahować w aparacie do ekstrakcji ciągłej bezwodnym eterem etylowym przez 18 h przy ustalonym

poziomie ogrzewania, pozwalającym na skraplanie rozpuszczalnika z szybkością 150 kropli na minutę. Następnie odparować eter z otrzymanego ekstraktu i przedmuchać kolbę ekstrakcyjną, umieszczoną na łaźni wodnej, strumieniem powietrza. Kolbę umieścić w suszarce i ogrzewać w temperaturze 110 ± 1°C do chwili, aż ubytek masy (m_1) między dwoma kolejnymi ważeniami będzie nie większy niż 0,005 g. Pozostałość w kolbie wytrząsać z 2 ÷ 3 cm³ bezwodnego eteru etylowego w temperaturze pokojowej. Zawartość pozostawić do odstania, następnie zdekantować eter. Operację powyższą powtarzać do momentu nie rozpuszczania się dalszych ilości wyekstrahowanej uprzednio pozostałości. Kolbę ekstrakcyjną ponownie suszyć do chwili, aż różnica między dwoma kolejnymi ważeniami nie będzie większa niż 0,005 g (m_2).

2.3.6. Obliczanie wyników

a) zawartość nielotnego wyciągu eterowego (Y) w próbce, wyrażoną w % wag. obliczyć wg wzoru

$$Y = (m_1 - m_2) \cdot \frac{100}{m_0} \quad (3)$$

w którym:

m_1 — masa pozostałości po suszeniu, g,

m_2 — masa pozostałości po ekstrakcji i suszeniu, g,

m_0 — masa odważki, g,

b) zawartość nielotnego wyciągu eterowego (Y_1) w próbce, wyrażoną w % wag. suchej masy próbki obliczyć wg wzoru

$$Y_1 = (m_1 - m_2) \cdot \frac{100}{m_0} \cdot \frac{100}{100 - H} \quad (4)$$

w którym:

m_0, m_1, m_2 — jak we wzorze (3),

H — jak we wzorze (2).

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń różniących się nie więcej niż o 0,2% wartości bezwzględnej. Wynik podać z dokładnością do drugiego miejsca dziesiętnego.

2.4. Protokół badań. W protokole powinna być podana zastosowana metoda i otrzymany wynik oraz powinny być ujęte wszystkie szczegóły wykonania badania nie objęte normą lub uważane za dowolne oraz wszystkie okoliczności mogące mieć wpływ na wynik. Protokół badań powinien obejmować wszystkie dane konieczne do pełnej identyfikacji próbki.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Ministerstwo Handlu Zagranicznego i Gospodarki Morskiej — Centralny Inspektorat Standaryzacji.

2. Normy związane

BN-79/8132-17 Przyprawy korzenne. Pobieranie próbek

BN-78/8132-18 Przyprawy korzenne. Przygotowanie zmielonej próbki do analizy

BN-78/8132-19 Przyprawy korzenne. Oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną

3. Normy zagraniczne i zalecenia międzynarodowe

Indie IS 1797 — 1973, Indian Standard, Methods of Sampling and Test for Spices and Condiments (First Revision) — norma zgodna,

Anglia BS 4585 British Standard, 1970, Methods of Test for Spices and Condiments:

— Part 4, Determination of Alcohol-Soluble Extract,

— Part 5, Determination of Cold Water-Soluble Extract,

— Part 6, Determination of Non-Volatile Ether Extract — norma zgodna,

ISO Recommendation R 940 — 1969 Spices and Condiments. Determination of Alcohol Soluble Extract — norma zgodna,

ISO Recommendation R 941 — 1969 Spices and Condiments. Determination of Cold Water Soluble Extract — norma zgodna,

ISO Recommendation R 1108 — 1969 Spices and Condiments. Determination of Non-Volatile Ether Extract — norma zgodna.

4. Autor projektu normy — mgr Anna Priss — Centralny Inspektorat Standaryzacji.