

PRZYPRAWY KORZENNE	N O R M A B R A N Ż O W A W Y M A G A N I A I M P O R T O W E	BN-88
	Przyprawy korzenne	8192-04
	Oznaczanie zawartości olejków eterycznych	Zamiast ¹⁾ BN-79/8192-04
		Grupa katalogowa 1259

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania zawartości olejków eterycznych w przyprawach korzennych i ziołach.

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

1.3. Określenia. Olejki eteryczne są to wszystkie substancje otrzymywane z surowców roślinnych przez destylację z parą wodną, w warunkach określonych metodą i wyrażone w ml na 100 g suchej masy produktu.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania polega na destylacji wodnej zawiesiny próbki, zebraniu destylatu w kalibrowanej części aparatu i odczycie, po rozwarstwieniu, objętości warstwy organicznej. Przy obliczaniu zawartości olejków eterycznych należy pomniejszyć ich ilość o dodaną objętość ksylenu.

2.2. Aparaty i przyrządy

a) Aparat do destylacji, wykonany ze szkła twardego, o niskim współczynniku rozszerzalności termicznej, składający się z następujących elementów zakończonych połączeniami na szlif (aparat ten odpowiada opisanemu w Farmakopei Europejskiej (1980) rozdz. V. 4.5.8)²⁾:

a_1 — kolba z dnem okrągłym, na szlif, pojemności 500 lub 1000 ml, zależnie od rodzaju badanego produktu (patrz Załącznik)

¹⁾ Zastępuje również metody oznaczania zawartości olejków eterycznych podane w BN-68/8132-14 p. 5.2.10.

²⁾ Do czasu nabycia tego aparatu dopuszcza się, zamiast niego stosowanie aparatu do oznaczania zawartości olejków wg Derynga, nr katalogowy 3192 wg „Katalogu szklanego sprzętu laboratoryjnego”, 1978, str. 121 — wydany przez Zakład Wydawnictw CZSR.

a_2 — odbieralnik — otrzymany z połączenia następujących elementów (rys. 1):

— rurka pionowa (AC) połączona u podstawy szlifem z kolbą z dnem okrągłym,

— rurka (CDE),

— chłodnica kulkowa, pionowa (FG),

— zestaw składający się z: bocznego ramienia (K) z korkiem szlifowym (K'); gruszkowatego zbiornika (J); kalibrowanej rurki z działką elementarną co 0,05 ml (JL); kulistego zbiornika (L) i kranu trójdrożnego (M); całość tego zestawu połączona jest z pionową rurką (AC) poprzez ukośną rurkę (O) zaopatrzoną w rurkę zabezpieczającą (N), zamkniętą od góry rurką fermentacyjną (poz. b), jeśli to konieczne.

b) Rurka fermentacyjna (rys. 2), zamykająca — boczne ramię (K) lub rurkę zabezpieczającą (N) jak w poz. a) a_2 .

c) Pipeta pojemności 1 ml, z działką elementarną co 0,01 ml.

d) Cylinder pomiarowy pojemności 500 ml.

e) Sączki jakościowe średnicy 11 cm.

f) Porcelana porowata lub perełki szklane.

g) Waga analityczna.

h) Płytki elektryczne z termoregulacją.

2.3. Odczynniki i roztwory

a) Ksylen cz.d.a.

b) Mieszanina chromowa.

c) Aceton cz.d.a. (dla tłustych pozostałości).

d) Detergent płynny (o stężeniu polecanym przez producenta) lub roztwór mieszaniny chromowej (patrz uwaga) przygotowany przez zmieszanie równych ilości nasyconego roztworu dwuchromianem potasu i stężonego kwasu siarkowego, przy ciągłym mieszaniu. Po ochłodzeniu mieszaninę przesączyć przez sączek szklany (wąskoporowaty).

Uwaga: Należy unikać jakiegokolwiek kontaktu roztworu mieszaniny chromowej ze skórą i błonami śluzowymi.

Zgłoszona przez Ministerstwo Współpracy Gospodarczej z Zagranicą — Centralny Inspektorat Standaryzacji
Ustanowiona dnia 18 stycznia 1988 r. przez Dyrektora Centralnego Inspektoratu Standaryzacji Zarządzeniem nr 303/N/88
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1988 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 3/1988, poz. 6)

2.6. Wykonanie oznaczania z zastosowaniem aparatu wg Derynga. Odważyć do kolby, z dokładnością do 0,001 g, taką ilość zmielonej próbki, aby otrzymana objętość olejków eterycznych wynosiła $1 \div 3$ ml. Dodać wody destylowanej w ilości nieco mniejszej niż połowa objętości kolby destylacyjnej. Zawartość wymieszać ruchem kulistym i spłukać dokładnie surowiec osadzony na ściankach, przy użyciu około 50 ml wody. Dodać kilka kawałków porowatej porcelany.

W przypadku destylacji olejków cięższych od wody, odmierzyć pipetą, z dokładnością do 0,01 ml, 0,3 ml ksylenu, dodać do zawartości kolby i podłączyć do aparatu, którego wszystkie części przemyto uprzednio mieszaniną chromową i wodą destylowaną. Następnie napełnić wodą destylowaną kalibrowaną część aparatu, włączyć chłodzenie i prowadzić destylację z szybkością skraplania około 1 kropli/s w ciągu 3 h, licząc od momentu wrzenia zawartości kolby. Po zakończeniu destylacji wyłączyć chłodzenie, sprowadzić warstwę olejkową lub ksylenowo-olejkową na mikroskalę. W przypadku niedostatecznego rozdziału warstw olejkowej i wodnej należy ostrożnie ostukać pręcikiem mikroskalę. W razie niezadawalającego efektu, uwolnienia warstwy olejkowej od zawieszonych kropli wody, należy kilkakrotnie zmieniać poziom cieczy na mikroskali, poprzez zmianę położenia kranu. Objętość olejków odczytać po 0,5 h od zakończenia destylacji. W przypadku destylacji z dodatkiem ksylenu, należy odjąć od odczytanej objętości 0,27 ml rzeczywistej zawartości ksylenu, przyjmując różnicę 0,03 ml jako doświadczalnie wyznaczoną stratę tego rozpuszczalnika w ciągu 3 h destylacji.

2.7. Obliczanie wyników. Zawartość olejków eterycznych (X) wyrażoną w ml na 100 g próbki w przeliczeniu na suchą masę, obliczyć wg wzoru

a) dla oznaczania wg 2.5

$$X = 100 \cdot \frac{V_1 - V_0}{m} \cdot \frac{100}{100 - W} \quad (1)$$

b) dla oznaczania wg 2.6

$$X = V \cdot \frac{100}{m} \cdot \frac{100}{100 - W} \quad (2)$$

Zawartość olejków eterycznych (X_1) wyrażoną w ml na 100 g próbki obliczyć wg wzoru

a) dla oznaczania wg 2.5

$$X_1 = 100 \cdot \frac{V_1 - V_0}{m} \quad (3)$$

b) dla oznaczania wg 2.6

$$X_1 = V \cdot \frac{100}{m} \quad (4)$$

w których:

V — objętość olejków eterycznych, ml,

V_0 — objętość ksylenu, oznaczona wg 2.5.3 ml,

V_1 — całkowita objętość warstwy organicznej, oznaczona wg 2.5.4, ml,

W — zawartość wody w próbce, %, oznaczona wg BN-79/8132-19.

2.8. Powtarzalność wyników. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, nie różniących się o więcej niż 0,1 ml.

2.9. Protokół badań powinien podawać zastosowaną metodę, rodzaj użytego aparatu destylacyjnego, czas destylacji i otrzymany wynik, jak również wszystkie szczególności badania nie ujęte w normie lub używane za dowolne oraz wszystkie okoliczności mogące mieć wpływ na wynik. Protokół badań powinien zawierać wszystkie dane konieczne do pełnej identyfikacji próbki.

K O N I E C

Załącznik

Informacje dodatkowe

WARUNKI OZNACZANIA OLEJKÓW ETERYCZNYCH W ZIOŁACH I PRZYPRAWACH KORZENNYCH

Produkt	Odważka g	Postać	Objętość wody ml	Czas destylacji h
Anyżek	25	mielony	500	4
Bazylią, słodka	50	cała/liść	500	5
Rumianek rzymski	30	cały/płatki	300	3
Rumianek pospolity	50	cały/płatki	500	4
			(0,5 mol/l HCL)	
Kminek	20	cały	300	4
Kardamon	20	cały	400	5
Kasja	40	mielona	400	5
Trybula	40	cała/liście	600	5
Cynamon	40	mielony	400	5
Goździki	4	mielone	400	4
Kolendra	40	mielona	400	4
Kminek rzymski nasiona	25	mielony	500	4
Curry-proszek	25	mielony	500	4
Koper ogrodowy	25	mielony	500	4
Koper włoski	25	mielony	300	4
Czosnek	25	mielony	500	4
Imbir	30	mielony	500	4
Jałowiec	25	mielony	500	5
Kwiat muszkatołowy	15	mielony	400	4
Majeranek ogrodowy	40	cały/liście	600	4
Majeranek dziki	40	cały/liście	600	5
Mięta	40	cała/liście	600	4
Mieszanka ziołowa	40	cała/liść	600	4
Mieszanka przyprawowa	40	mielona	600	5
Gałka muszkatołowa	15	mielona	400	4
Pietruszka zwyczajna	40	cała/liść	600	5
Mięta polej	40	cała/liść	600	5
Pieprz	40	mielony	400	4
Mięta pieprzowa	50	cała/liść	500	2
Przyprawa marynatowa	25	mielona	500	4
Ziele angielskie	30	mielone	500	5
Rozmaryn	40	cały/liść	600	5
Szałwia	40	cała/liść	600	5
Cząber ogrodowy	40	cały/liść	600	5
Estragon	40	cały/liść	600	5
Tymianek	40	cały/liść	600	5
Kurkuma	40	mielona	400	5

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Ministerstwo Współpracy Gospodarczej z Zagranicą — Centralny Inspektorat Standaryzacji.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-79/8192-04. Zastąpiono zestaw destylacyjny wg Derynga, zestawem destylacyjnym wg Farmakopei Europejskiej (1980) oraz ściśle sprecyzowano warunki oznaczania zawartości olejków eterycznych.

3. Normy i dokumenty związane

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

BN-79/8132-18 Przyprawy korzenne. Przygotowanie zmielonej próbki do analizy

BN-79/8132-19 Przyprawy korzenne. Oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną

4. Normy zagraniczne i zalecenia międzynarodowe

ISO 6571 — International Standard Spices, condiments and herbs — Determination of volatile oil content — First edition — 1984-11-15

Farmakopea Europejska, 1980

5. Zakres zgodności normy z ISO 6571 — norma jest ekwiwalentnym wdrożeniem normy międzynarodowej ISO 6571

6. Autor projektu normy — mgr Anna Priss — Urząd Miejski, Gdynia.