

PRZYPRAWY KORZENNE	N O R M A B R A N Ź O W A WYMAGANIA IMPORTOWE	BN-80
	Przyprawy korzenne Oznaczanie zawartości włókna surowego	8192-05
		Grupa katalogowa 1255

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody techniczna i rozjemcza oznaczania zawartości włókna surowego w przyprawach korzennych.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę stosuje się do oznaczania zawartości włókna surowego w przyprawach korzennych w imporcie i obrocie. Metodę rozjemczą stosuje się w przypadku rozstrzygania sporu. Metodę techniczną stosuje się w bieżącej praktyce analitycznej.

1.3. Określenia. Włókno surowe — substancje organiczne pozostałe po trawieniu próbki roztworem kwasu siarkowego, a następnie roztworem wodorotlenku sodowego w warunkach określonych metodą.

2. METODY OZNACZANIA

2.1. Metoda techniczna oznaczania włókna surowego

2.1.1. Zasada metody polega na ilościowym oznaczeniu metodą wagową substancji organicznych nierozpuszczalnych w czasie gotowania odtłuszczonej próbki w 1,25-procentowym roztworze kwasu siarkowego i 1,25-procentowym roztworze wodorotlenku sodowego.

2.1.2. Aparatura, przyrządy i materiały

- Waga analityczna.
- Suszarka elektryczna z regulacją temperatury do $130^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, jeżeli to możliwe z wymuszonym obiegiem-powietrza.
- Piec elektryczny do spalań z regulacją temperatury do $550 \pm 25^{\circ}\text{C}$.
- Aparat Soxhleta.
- Pompa wodna próżniowa.
- Zlewka pojemności 400 cm^3 , kalibrowana następująco: do zlewki wlać 200 cm^3 wody i zaznaczyć na zewnętrznej ścianie jej poziom.
- Eksykator z odpowiednio skutecznym środkiem suszącym.
- Tygiel Goocha wypełniony preparowanym azbestem. Zawieszinę azbestu w wodzie destylowanej wlać do tygla Goocha tak, aby po dokładnym odsączeniu otrzymać warstwę $2 \div 3 \text{ mm}$. Tygiel wysuszyć w suszarce i wyprażyć w temperaturze $550 \pm 25^{\circ}\text{C}$.

i) Sączi bawełniane lub lniane; tkanina o gęstości $18 \div 20$ nitek na 1 cm .

j) Sączi bibułowe jakościowe.

2.1.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 5-procentowy przygotowany następująco: 50 g kwasu siarkowego o gęstości $1,84$ przelać ilościowo do 950 cm^3 wody destylowanej. Gęstość roztworu po ochłodzeniu powinna wynosić $1,033$.

b) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 5-procentowy przygotowany następująco: 50 g wodorotlenku sodowego wolnego od węglanów rozpuścić w 950 cm^3 wody destylowanej. Gęstość roztworu po ochłodzeniu powinna wynosić $1,055$.

c) Kwas solny cz.d.a., roztwór $0,5\text{N}$.

d) Alkohol etylowy $95 \div 96$ -procentowy.

e) Eter naftowy, frakcja wrząca w temperaturze $40 \div 60^{\circ}\text{C}$.

f) Azbest średnioziarnisty preparowany następująco: azbest zalać około 5-procentowym roztworem wodorotlenku sodowego i ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej w ciągu 8 h . Zlać roztwór wodorotlenku sodowego i przemyć dokładnie azbest gorącą wodą destylowaną. Następnie azbest zalać około 10-procentowym roztworem kwasu solnego i ogrzewać jak poprzednio w ciągu 8 h . Zlać roztwór kwasu, przemyć azbest gorącą wodą, wysuszyć i wyprażyć w temperaturze $550 \pm 25^{\circ}\text{C}$.

2.1.4. Pobieranie i przygotowanie próbek do analizy. Próbkę do analizy należy pobrać zgodnie z BN-79/8132-17. Rozdrobnienie próbki do analizy należy wykonać wg BN-79/8132-18.

2.1.5. Wykonanie oznaczania

2.1.5.1. Ekstrakcja tłuszczu i usuwanie wapnia. Ekstrakcję tłuszczu należy stosować w przypadku, gdy jego zawartość w przyprawie przekracza 10% . Usuwanie wapnia jest konieczne, jeżeli jego zawartość w przeliczeniu na węglan wapnia jest wyższy niż 1% .

a) Odtłuszczanie. Odważyć na sączku około 2 g rozdrobnionej przyprawy z dokładnością do $0,001 \text{ g}$. Sączek z próbką zwinąć w ścisły pakiecik i umieścić w aparacie Soxhleta. Ekstrahować eterem naftowym w ciągu 3 h . Po zakończeniu ekstrakcji pakiecik z

Zgłoszona przez Ministerstwo Handlu Zagranicznego i Gospodarki Morskiej — Centralny Inspektorat Standaryzacji
Ustanowiona przez Dyrektora Centralnego Inspektoratu Standaryzacji dnia 1 września 1980 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1981 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 23/1980 poz. 94)

odważką pozostawić na powietrzu do odparowania eteru.

b) Usuwanie wapnia. Odważyć około 2 g rozdrobnionej przyprawy z dokładnością 0,001 g lub odważkę przyprawy po ekstrakcji eterem przenieść do zlewki pojemności 1000 cm³, dodać 0,5N roztworu kwasu solnego w ilości większej niż niezbędna do neutralizacji obecnego węglanu wapnia, dobrze wymieszać i pozostawić do osadzenia się części stałych. Dekantować ciecz, osad przemyć wodą destylowaną i przenieść ilościowo osad na sączek, przemywać wodą destylowaną o temperaturze pokojowej do zaniku reakcji kwaśnej. Osad możliwie dokładnie odsączyć.

2.1.5.2. Oznaczanie włókna. Odważyć około 2 g rozdrobnionej przyprawy z dokładnością 0,001 g albo odważkę po odtłuszczeniu i usunięciu wapnia przenieść ilościowo do kalibrowanej zlewki około 100 cm³ wrzącej wody destylowanej, dodać 0,5 g azbestu i 50 cm³ 5-procentowego roztworu kwasu siarkowego, dopełnić wodą destylowaną do objętości 200 cm³, zaznaczonej na zlewce kreską. Zamieszać pręcikiem szklanym i ogrzewać do wrzenia. Siła grzania powinna być taka, aby zawartość zlewki zawrzała w ciągu 2 min. Roztwór w zlewce utrzymać w stanie wrzenia przez 30 min, mieszając od czasu do czasu, uważając aby badana próbka nie pozostawała na ściankach zlewki poza roztworem. Ubytek roztworu w czasie gotowania uzupełniać systematycznie do 200 cm³ wrzącą wodą destylowaną. Po 30 min gotowania zawartość zlewki przesączyć natychmiast przez sączek bawełniany lub lniany umieszczony w lejku analitycznym. Sączek przemywać gorącą wodą destylowaną do zaniku reakcji kwaśnej. Sprawdzić oranżem metylowym lub papierkiem lakmusowym. Po przemyciu spłukać osad z sączka strumieniem wrzącej wody do tej samej zlewki pojemności 400 cm³, dodać 50 cm³ 5-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego, uzupełnić wrzącą wodą do 200 cm³ i ogrzewać tak jak poprzednio, uważając aby zawartość zlewki nie wykpiiała. Ogrzewać w ciągu 30 min, uzupełniając systematycznie ubytek roztworu w czasie gotowania wrzącą wodą destylowaną do objętości 200 cm³ (do kreski zaznaczonej na zlewce). Po 30 min gotowania zawartość zlewki natychmiast przesączyć w tyglu Goocha z warstwą azbestu, osad przemywać gorącą wodą, potem 3 cm³ około 0,5N roztworu kwasu solnego, następnie gorącą wodą do zaniku reakcji kwaśnej. Na zakończenie osad przemyć 15 cm³ alkoholu etylowego. Po odsączeniu tygiel suszyć do stałej masy w temperaturze 130 ± 2°C, a następnie ostudzić w ekcykatorze i zważyć z dokładnością 0,0001 g. Suszenie uznać za zakończone, gdy różnica między kolejnymi ważeniami będzie nie większa niż 0,001 g. Po wysuszeniu i zważeniu tygiel z osadem prażyć w piecu w temperaturze 550 ± 25°C do stałej masy. Tygiel z osadem ostudzić w ekcykatorze i zważyć z dokładnością 0,0001 g. Prażenie uznać za zakończone, gdy różnica między kolejnymi ważeniami będzie nie większa niż 0,001 g.

2.1.6. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość włókna surowego X należy obliczyć w procentach

wagowo w przeliczeniu na suchą masę wg wzoru

$$X = (m_1 - m_2) \cdot \frac{100}{m_0} - \frac{100}{100 - w} \quad (1)$$

w którym:

- m_0 — masa odważki, g,
- m_1 — masa tygla Goocha z pozostałością po suszeniu, g,
- m_2 — masa tygla Goocha z pozostałością po prażeniu, g,
- w — zawartość wody w próbce, % (oznaczona wg BN-79/8132-19).

2.1.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o:

0,4% wartości bezwzględnej, gdy zawartość włókna jest niższa niż 10%,

5% wartości względnej w przypadku, gdy zawartość włókna jest wyższa niż 10%.

Wynik podać z dokładnością 0,1%.

2.2. Metoda rozjemcza oznaczania włókna surowego

2.2.1. Zasada metody polega na ilościowym oznaczaniu metodą wagową substancji organicznych nierozpuszczalnych w czasie gotowania odtłuszczonej próbki w 0,255N roztworze kwasu siarkowego i 0,312N roztworze wodorotlenku sodowego.

2.2.2. Aparatura, przyrządy i materiały

- a) Waga analityczna.
- b) Suszarka elektryczna z regulacją temperatury do 130 ± 2°C, jeżeli to możliwe z wymuszonym obiegiem powietrza.
- c) Piec elektryczny do spalań z regulacją temperatury do 550 ± 25°C.
- d) Aparat Soxhleta.
- e) Pompa wodna próżniowa.
- f) Chłodnica ze szlifem pozwalająca utrzymać stałą objętość roztworu w czasie gotowania. Zaleca się chłodnicę Allihna ze szlifem 45/50.
- g) Kolba stożkowa ze szlifem o takich wymiarach i kształcie, aby wysokość słupa roztworu była nie mniejsza niż 25 mm i nie większa niż 38 mm. Zaleca się kolbę stożkową pojemności 1000 cm³ ze szlifem 45/50.
- h) Ekcykator z odpowiednio skutecznym środkiem suszącym.
 - i) Tygiel Goocha wypełniony azbestem, sposób przygotowania wg 2.1.2 h).
 - j) Sączki bawełniane lub lniane, tkanina o gęstości 18 ÷ 20 nitek na 1 cm.
 - k) Sączki bibułowe jakościowe.

2.2.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 0,255N, przygotowany następująco: 12,5 g kwasu siarkowego o gęstości 1,84 uzupełnić wodą destylowaną do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm³.

b) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,312N przygotowany następująco: 12,5 g wodorotlenku sodowego wolnego od węglanów rozpuścić w wodzie destylowanej w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm³ i uzupełnić do kreski. Miano obu roztworów sprawdzić przez miareczkowanie.

Jeżeli stężenie różni się więcej niż o $\pm 0,005N$ od wartości nominalnej, należy je skorygować do podanego zakresu.

c) Kwas solny, cz.d.a., roztwór 0,5N.

d) Eter naftowy, frakcja wrząca w temperaturze $40 \div 60^\circ C$.

e) Azbest średnioziarnisty preparowany wg 2.1.3 f).

2.2.4. Pobieranie i przygotowanie próbek do analizy — wg 2.1.4.

2.2.5. Wykonanie oznaczania

2.2.5.1. Ekstrakcja tłuszczu i usuwanie wapnia — wg 2.1.5.1.

2.2.5.2. Oznaczanie włókna. Odważyć około 2 g rozdrobnionej przyprawy z dokładnością 0,001 g albo odważyć po odtłuszczeniu i usunięciu wapnia, przenieść ilościowo do kolby stożkowej 200 cm³ roztworu kwasu siarkowego o stężeniu 0,255N. Do tego celu przydatna jest tryskawka o zaznaczonej objętości 200 cm³. Dodać około 0,5 g azbestu, połączyć kolbę z chłodnicą i umieścić ją na nagrzanej uprzednio płytce elektrycznej lub kuchence gazowej tak, aby zawartość kolby zawrzała w ciągu 5 min. Utrzymywać roztwór w stanie silnego wrzenia dokładnie w ciągu 28 min, obracając często kolbę ruchem kolistym w celu dokładnego zwilżenia i wymieszania próbki. Nie należy dopuszczać, aby badana próbka pozostawała na ściankach kolby powyżej poziomu roztworu. Pienieniu się zawartości kolby można zapobiec, kierując strumień powietrza do wnętrza kolby poprzez rurkę szklaną przechodzącą przez chłodnicę. Po gotowaniu w ciągu 28 min kolbę zdjąć z kuchenki i zawartość jej przesączyć natychmiast przez sączek bawełniany lub lniany umieszczony w lejku analitycznym, stosując kolbę ssawkową w celu przyspieszenia sączenia. Sączek przemywać gorącą wodą, aż do zaniku reakcji kwaśnej. Próbkę łącznie z azbestem przenieść ilościowo do tej samej kolby stożkowej spłukując tkaninę sączka 200 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego o stężeniu 0,312N. Do tego celu przydatna jest tryskawka o zaznaczonej pojemności 200 cm³. Kolbę połączyć z chłodnicą, umieścić na nagrzanej uprzednio płytce elektrycznej lub kuchence gazowej tak, aby zawartość kolby zawrzała w ciągu około 5 min i utrzymać w stanie wrzenia dokładnie w ciągu

28 min. Po upływie tego czasu kolbę zdjąć z kuchenki i zawartość kolby przesączyć natychmiast przez tygiel Goocha z warstwą azbestu. Pozostałość w tyglu przemyć gorącą wodą destylowaną do zaniku reakcji alkalicznej, a następnie około 15 cm³ alkoholu etylowego.

Tygiel z zawartością suszyć do stałej masy w temperaturze $130 \pm 2^\circ C$, a następnie ostudzić w eksykatorze i zważyć z dokładnością 0,0001 g. Suszenie uznać za zakończone, gdy różnica między kolejnymi ważeniami będzie nie większa niż 0,001 g. Tygiel z wysuszonym osadem prażyć w piecu elektrycznym w temperaturze $550 \pm 25^\circ C$ do stałej masy. Tygiel z osadem ostudzić i zważyć z dokładnością do 0,0001 g.

Prażenie uznać za zakończone, gdy różnica między kolejnymi ważeniami będzie nie większa niż 0,001 g.

2.2.6. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość włókna surowego X w próbce obliczyć w procentach wagowo, w przeliczeniu na suchą masę wg wzoru

$$X = (m_1 - m_2) \cdot \frac{100}{m_0} \cdot \frac{100}{100 - w} \quad (2)$$

w którym:

m_0 — masa odważki, g,

m_1 — masa tygla Goocha z pozostałością po suszeniu, g,

m_2 — masa tygla Goocha z pozostałością po prażeniu, g,

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

2.2.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń nie różniących się o więcej niż:

0,4% wartości bezwzględnej, gdy zawartość włókna jest niższa niż 10%,

4% wartości względnej, gdy zawartość włókna jest wyższa niż 10%.

Wynik podać z dokładnością do 0,1%.

2.3. Protokół badań powinien podawać zastosowaną metodę, otrzymany wynik, ujmować wszystkie szczegóły wykonania oznaczania nie ujęte w normie lub uważane za dowolne oraz wszystkie, które mogły 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-79/8132-18 Przyprawy korzenne. Przygotowanie próbki zmielonej do analizy

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

3. Dokumenty międzynarodowe i zagraniczne

Dokument ISO/DIS 5498 Produkty rolniczo-żywnościowe. Oznaczanie włókna surowego. Metoda ogólna

USA Official Analytical Methods of the American Spice Trade Association, Method 7.0 Crude Fiber

4. Autor Projektu normy — mgr Jadwiga Różycka — Centralny Inspektorat Standaryzacji.