

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-81
	Przyprawy korzenne	8192-07
	Oznaczanie zawartości chlorków i wapnia	Grupa katalogowa 1259

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania zawartości chlorków i wapnia w przyprawach korzennych.

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

1.3. Określenia

1.3.1. Chlorki — zawartość rozpuszczalnych w wodzie chlorków wyrażona jako chlorek sodu i oznaczona w warunkach określonych metodą.

1.3.2. Wapń — zawartość tego pierwiastka wyrażona jako tlenek wapnia i oznaczona w warunkach określonych metodą.

2. METODY OZNACZANIA

2.1. Oznaczanie zawartości chlorków

2.1.1. Zasada oznaczania polega na wyługowaniu chlorków ze spopielonej próbki gorącą wodą destylowaną i oznaczaniu ich metodą miareczkową wg Volharda.

2.1.2. Aparaty i przyrządy — BN-79/8192-03, p. 2.1.2.

2.1.3. Odczynniki

a) Kwas azotowy (1,42) cz.d.a. roztwór 1 : 4 (1 objętość kwasu ÷ 4 objętości wody destylowanej) wolny lub uwolniony od tlenków azotu przez gotowanie do odbarwienia.

b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór mianowany 0,1 N.

c) Rodanek potasu cz.d.a., roztwór mianowany 0,1 N.

d) Siarczan żelazowo-amonowy cz.d.a., roztwór nasycony, $(\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O})$.

2.1.4. Pobieranie i przygotowanie próbki do analizy. Pobieranie próbek wykonać wg BN-79/8132-17.

Przygotowanie próbki do analizy wykonać wg BN-78/8132-18.

2.1.5. Wykonanie oznaczania. Odważyć, z dokładnością do 0,001 g, około 5,0 g przygotowanej próbki do analizy do tygla uprzednio wyprażonego do stałej masy i przeprowadzić oznaczanie popiołu ogólnego wg BN-79/8192-03 p. 2.1.5. Otrzymany popiół rozpuścić

w około 40 cm³ gorącej wody destylowanej i przesączyć. Następnie przemywać tygiel i sączek wraz z osadem gorącą wodą destylowaną w ilości około 150 cm³, do zaniku reakcji na jon chlorkowy — próba z azotanem srebra. W przypadku próby dodatniej przemywać osad połową uprzednio użytej ilości wody destylowanej. Przesącz zbierać do kolby stożkowej, ochłodzić. Następnie dodać określoną ilość mianowanego roztworu azotanu srebra, z pewnym nadmiarem, 5 cm³ roztworu siarczanu żelazowo-amonowego i 2 ÷ 3 cm³ roztworu kwasu azotowego. Zawartość miareczkować za pomocą mianowanego roztworu rodanku potasu do wystąpienia trwałego, jasnobrązowego zabarwienia nie zanikającego w ciągu 30 s.

2.1.6. Obliczanie wyników. Zawartość chlorku sodu (X) wyrażoną w % wag. suchej masy obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{0,0585 (V_1 \cdot N_1 - V_2 \cdot N_2) \cdot 100}{M} \cdot \frac{100}{100 - W} \quad (1)$$

w którym:

V_1 — objętość użytego do oznaczania roztworu azotanu srebra, cm³,

N_1 — normalność mianowanego roztworu azotanu srebra,

V_2 — objętość użytego do oznaczania mianowanego roztworu rodanku potasu, cm³,

N_2 — normalność mianowanego roztworu rodanku potasu,

M — masa odważki, g,

W — zawartość wody w próbce oznaczona wg BN-78/8132-19, %,

0,0585 — współczynnik przeliczeniowy dla chlorku sodu w odniesieniu do 0,1N roztworu azotanu srebra.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń różniących się nie więcej niż o: 10 % błędu względnego przy zawartości chlorków do 1,5 %,

5 % błędu względnego przy zawartości chlorków od 1,5 do 5 %,

3 % błędu względnego przy zawartości chlorków powyżej 5 %, obliczonych w stosunku do wartości średniej dwóch równoległych oznaczeń.

Zgłoszona przez Ministerstwo Handlu Zagranicznego i Gospodarki Morskiej Centralny Inspektorat Standaryzacji
Ustanowiona przez Dyrektora Centralnego Inspektoratu Standaryzacji dnia 22 kwietnia 1981 r. Zarządzeniem Nr 279/N/81
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1982 r. (Dz. Norm. i Miar nr 15/1981 poz. 64)

Wynik podać z dokładnością do drugiego miejsca dziesiętnego.

2.2. Oznaczanie zawartości wapnia w imbirze bielonym i nie bielonym wapnem

2.2.1. Zasada oznaczania polega na rozpuszczeniu spopielonej próbki w kwasie solnym, odsączeniu do nierozpuszczalnej pozostałości, strąceniu z przesączu wapnia i oznaczeniu metodą miareczkową.

2.2.2. Aparaty i przyrządy — wg BN-79/8192-03, p. 2.12.

2.2.3. Odczynniki

- a) Kwas solny (1,19) cz.d.a.
- b) Kwas solny (1,19) cz.d.a., roztwór 2:5 (2 objętości kwasu + 5 objętości wody).
- c) Kwas octowy cz.d.a.
- d) Amoniak cz.d.a., roztwór 1:1
- e) Szczawian amonu cz.d.a., roztwór nasycony.
- f) Kwas siarkowy (1,84) cz.d.a., roztwór 1:4 (1 objętość kwasu + 4 objętości wody).
- g) Nadmanganian potasu cz.d.a., roztwór mianowany 0,1N.
- h) Zielen bromokrezolowa, roztwór przygotowany następująco: odważyć 0,1 g zieleni bromokrezolowej rozetrzeć z 14,3 cm³ 0,01N NaOH w moździerzu agatowym, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³ i uzupełnić do kreski. Roztwór zmienia barwę przy pH od 3,8 do 5,4, w środowisku kwaśnym barwi się na żółto, a w alkalicznym na niebiesko.
- i) Azotan srebra cz.d.a., roztwór, 10-procentowy.

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

2.2.5. Wykonanie oznaczania. Odważyć z dokładnością do 0,001 g 2÷4,0 g zmielonej próbki do analizy do tygla uprzednio wyprażonego do stałej masy i wykonać oznaczanie popiołu ogólnego wg BN-79/8192-03 p. 2.1.5. Otrzymany popiół rozpuścić w roztworze kwasu solnego, wg 2.2.3 b) i odparować do sucha na łaźni wodnej. Powtórzyć ww. operację. Otrzymaną pozostałość zwilżyć 5÷10 cm³ stężonym kwasem solnym, odać ostrożnie 50 cm³ wody i ogrzać na łaźni wodnej. Następnie przesączyć, zbierając przesącz do zlewki pojemności 250 cm³. Osad na sączku przemyć gorącą wodą destylowaną, zbierając przesącz do tej samej zlewki, ochłodzić. Do otrzymanego przesączu dodać 8÷10 kropli zieleni bromokrezolowej i amoniaku do uzyskania zmiany barwy na wyraźnie niebieską (pH 4,8÷5,0). Do zlewki dodać kroplami kwas octowy do zmiany barwy na wyraźnie zieloną (pH 4,4÷4,6). Otrzymany roztwór przesączyć ilościowo i przemyć osad na sączku wodą destylowaną, zbierając przesącz do zlewki pojemności 250 cm³. Zawartość zlewki ogrzać do wrzenia i dodać kroplami nasycony roztwór szczawianu amonu do chwili gdy przestanie wytrącać się osad, a następnie dodać jeszcze niewielki nadmiar tego odczynnika. Po-

nownie ogrzać do wrzenia zawartość zlewki i pozostawić do sklarowania na co najmniej 3 h. Zdekantować klarowny roztwór znad osadu na sączek. Do pozostałego w zlewce osadu dodać 13÷20 cm³ gorącej wody destylowanej, pozostawić na chwilę do sklarowania i ponownie zdekantować klarowny roztwór na sączek. Osad zatrzymany na sączku rozpuścić, przemywając go gorącym roztworem kwasu solnego 2.2.3 b) i zbierać przesącz do zlewki z uprzednio strąconym osadem. Sączek przemyć gorącą wodą destylowaną. Uzyskany przesącz ponownie ogrzać do wrzenia i ponownie wytrącić osad szczawianu wapnia, dodając amoniak i niewielką ilość nasyconego roztworu szczawianu amonu. Zawartość zlewki ponownie pozostawić do sklarowania na co najmniej 3 h, potem przesączyć przez ten sam sączek co uprzednio i przemywać wodą do zaniku reakcji na jon chlorkowy — próba z azotanem srebra. Przebić wierzchołek stożka sączka i spłukać osad do zlewki używanej do strącania wodą destylowaną. Sączek przemyć gorącym roztworem kwasu siarkowego i miareczkować zawartość zlewki mianowanym roztworem nadmanganianu potasu w temperaturze min. 70 °C.

2.2.6. Obliczanie wyników. Zawartość tlenu wapnia (Y) wyrażoną w % wag. suchej masy próbki obliczyć wg wzoru

$$Y = \frac{0,028 \cdot V \cdot 100}{m} \cdot \frac{100}{100 - W} \quad (2)$$

w którym:

- V — objętość, ściśle, 0,1N roztworu nadmanganianu potasu użyta do oznaczania, cm³,
- m — masa odważki, g,
- W — zawartość wody w próbce oznaczona wg BN-78/8132-19, %,
- 0,028 — współczynnik przeliczeniowy dla tlenu wapnia w odniesieniu do 0,1N roztworu nadmanganianu potasu.

Wynik podać z dokładnością do drugiego miejsca dziesiętnego.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń różniących się nie więcej niż 10 % błędu względnego, obliczonego w stosunku do wartości średniej dwóch równoległych oznaczeń.

2.3. Protokół badań powinien podawać zastosowaną metodę i otrzymany wynik, jak również ujmować wszystkie szczegóły wykonania badania nie ujęte w normie 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

PN-74/R-64780 Pasze sypkie. Oznaczanie zawartości chlorków

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

BN-79/8192-03 Przyprawy korzenne. Oznaczanie popiołu

3. Normy zagraniczne i zalecenia międzynarodowe

Anglia UK-BS: 4593 British Standard, 1970 Ginger (Whole, in pieces and ground) Appendix C. Determination of Calcium

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

ISO — Recommendation R-1003-1969, Spices and Condiments. Ginger, whole, in pieces and ground. Specification. Annex B. Determination of Calcium

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