

Wyd. 2.1. 98
N. 4/98
Zast. PN-A-74726-1 do 10 : 98

UKD 668.393.001.4

PRZETWORY ZIEMNIACZANE I SKROBIOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-74 8085-02 <i>ob</i>
	Metody badań klejów skrobiowych i dekstrynowych	Zamiast BN-64/8085-02
		Grupa katalogowa XII 49

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są następujące metody badań klejów skrobiowych i dekstrynowych:

- określanie postaci,
- określanie barwy,
- określanie zapachu,
- oznaczanie liczby części spalonych,
- oznaczanie zanieczyszczeń mechanicznych,
- oznaczanie stopnia rozdrobnienia,
- oznaczanie wilgotności,
- oznaczanie wartości pH,
- oznaczanie kwasowości,
- oznaczanie alkaliczności,
- oznaczanie lepkości,
- oznaczanie wytrzymałości spoiny klejowej,
- oznaczanie rozpuszczalności,
- oznaczanie żywotności masy klejowej,
- oznaczanie zawartości popiołu.

2. METODY BADAŃ

2.1. Określanie postaci. Postać kleju suchego określić organoleptycznie po wysypaniu około 100 g kleju z opakowania, postać kleju pastowego określić organoleptycznie bezpośrednio po otwarciu opakowania.

2.2. Określanie barwy. Próbkę kleju suchego w ilości około 100 g rozłożyć na białym arkuszu papieru, uformować w warstwę grubości około 1 ÷ 2 cm i określić organoleptycznie barwę, porównując ją z białym tłem papieru.

Próbkę klejów pastowych w ilości około 50 g przynieść do parownicy porcelanowej i określić organoleptycznie barwę porównując ją z białym tłem parownicy.

2.3. Określanie zapachu

2.3.1. Określanie zapachu klejów suchych. Odważyć około 10 g kleju i wsypać (mieszając) do zlewki zawierającej 100 ml wody destylowanej o temperaturze 40°C. Zbadać zapach organoleptycznie.

2.3.2. Określanie zapachu klejów pastowych. Zapach kleju określić organoleptycznie bezpośrednio po otwarciu opakowania i odgarnięciu wierzchniej warstwy kleju.

W przypadkach wątpliwych, w celu wzmożenia intensywności zapachu, próbkę kleju umieścić w szczelnie zamkniętym naczyniu szklanym i ogrzewać na łaźni wodnej przez 15 min w temperaturze 70°C, następnie organoleptycznie określić zapach kleju.

2.4. Oznaczanie liczby części spieczonych

2.4.1. Przyrządy

a) Płytką szklaną o wymiarach około 150 X 100 X 3 mm, wykonaną z bezbarwnego szkła kryształowego, z nacechowanym na środku polem o bokach 50 X 50 mm, podzielonym na krzyż na 4 równe kwadraty.

b) Jasna płyta laminowana o wymiarach około 300 X 200 X 20 mm.

2.4.2. Wykonanie oznaczania. Na płycie umieścić około 100 g badanego kleju, uformować w warstwę grubości około 2 cm, nałożyć płytkę szklaną, zwróconą nacechowaną stroną ku produktowi i lekko nacisnąć w celu wyrównania powierzchni kleju.

Liczyć wszystkie wyraźnie widoczne brązowe części spieczone znajdujące się w obrębie nacechowanego pola, w poszczególnych kwadratach. Czynność wykonać 4-krotnie, po zakończeniu każdego liczenia zdjąć płytkę szklaną i próbkę starannie wymieścić. Oznaczanie należy wykonać w świetle rozproszonym o natężeniu 2500 ÷ 3000 lx.

2.4.3. Wynik. Za wynik przyjąć sumę liczb uzyskaną w 4 kolejnych liczeniach w obrębie pola o wielkości 50 X 50 mm. Wynik wyraża liczbę części spieczonych przypadających na powierzchnię 1 dm² badanego kleju.

2.5. Oznaczanie zanieczyszczeń mechanicznych. Odważkę 100 g badanego kleju przesiewać ręcznie w ciągu 3 min przez sito wg PN-67/M-94000 o średnicy 200 mm i boku oczka kwadratowego 3,2 mm. Po przesianiu nie powinno być na sicie żadnej pozostałości.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Ziemniaczanego
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Ziemniaczanego dnia 4 lipca 1974 r.
jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą od dnia 1 kwietnia 1975 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 27/1974 poz. 85)

2.6. Oznaczanie stopnia rozdrobnienia

2.6.1. Przyrządy

- Waga techniczna.
- Przesiewacz elektromagnetyczny typ LPzE.
- Komplet sit wg PN-67/M-94000.

2.6.2. Wykonanie oznaczania. Na zestaw sit wg PN-67/M-94000 wsypać 100 g badanego kleju odważonego na wadze technicznej z dokładnością do 0,1 g. Pod dolne sito umieścić denko. Zestaw sit przykryć pokrywą, umocować w przesiewaczu elektromagnetycznym i uruchomić przesiewacz na 9 min przy częstotliwości 2100 drgań/1 min.

Po zakończonym przesiewaniu frakcje zebrane z poszczególnych sit zważyć z dokładnością do 0,1 g. Otrzymany wynik ważenia stanowi procentową zawartość poszczególnych frakcji odsiewu lub przesiewu.

2.6.3. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Wynik podawać z dokładnością do pierwszego miejsca po przecinku.

2.7. Oznaczanie wilgotności

2.7.1. Przyrządy

- Waga analityczna.
- Naczynka wagowe o średnicy nie mniejszej niż 50 mm z doszlifowanymi przykrywkami.
- Suszarka elektryczna z termoregulacją.
- Eksykator napełniony żelazem krzemionkowym lub chlorkiem wapniowym.

2.7.2. Wykonanie oznaczania. Do wytarowanego naczynka wagowego odważyć na wadze analitycznej około 5 g badanego kleju suchego z dokładnością do 0,0002 g i suszyć w suszarce przez 1,5 godz w temperaturze $130 \pm 3^{\circ}\text{C}$, licząc czas od chwili osiągnięcia przez termometr temperatury $130 \pm 3^{\circ}\text{C}$, co powinno nastąpić najpóźniej po 15 min od momentu umieszczenia próbek w suszarce.

Próbki klejów pastowych w ilości około 5 g odważyć na wadze analitycznej do wytarowanych, wysuszonych do stałej masy naczynek wagowych zawierających, 1-milimetrową warstwę piasku kwarcowego o frakcji 1,5 - 1,0 mm. Przed właściwym suszeniem próbki wstępnie podsuszyć przez 2 godz w temperaturze 50°C .

Po wysuszeniu schłodzić próbki w eksykatorze w czasie nie krótszym niż 30 min i nie dłuższym niż 2 godz, następnie zważyć na wadze analitycznej z dokładnością do 0,0002 g.

2.7.3. Obliczanie wyniku. Wilgotność (X_1) badanego kleju obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{b - c}{b - a} \cdot 100$$

w którym:

- masa naczynka pustego, g,
- masa naczynka z próbką przed suszeniem, g,
- masa naczynka z próbką po wysuszeniu, g.

2.7.4. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,02%.

Wynik podawać z dokładnością do pierwszego miejsca po przecinku.

2.8. Oznaczanie wartości pH

2.8.1. Przyrządy

- Waga techniczna.
- Pehametr laboratoryjny.

2.8.2. Wykonanie oznaczania w klejach suchych.

W zlewce pojemności 250 ml odważyć na wadze technicznej 2 g kleju suchego z dokładnością do 0,01g. Małymi porcjami dodawać do kleju 20 ml wody destylowanej wolnej od dwutlenku węgla, ciągle mieszając. Po dokładnym wymieszaniu odstawić roztwór klejowy na 15 min. Po tym czasie dodać przy ciągłym mieszaniu 80 ml wody destylowanej wolnej od dwutlenku węgla. Oznaczyć pH odczytując wartość ze skali pehametru.

2.8.3. Wykonanie oznaczania w klejach pastowych.

W zlewce pojemności 250 ml odważyć na wadze technicznej 10 g badanego kleju pastowego z dokładnością do 0,01 g. Małymi porcjami dodawać, ciągle mieszając, 50 ml wody destylowanej wolnej od dwutlenku węgla. Roztwór odstawić na 15 min, następnie ponownie wymieszać i oznaczyć pH odczytując wartość ze skali pehametru.

2.8.4. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń, nie różniących się więcej niż o 0,2. Wynik podawać z dokładnością do pierwszego miejsca po przecinku.

2.9. Oznaczanie kwasowości

2.9.1. Przyrządy

- Waga techniczna.
- Zestaw do miareczkowania potencjometrycznego z mieszadłem elektromagnetycznym.
- Pehametr laboratoryjny.

2.9.2. Odczynniki

- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n.
- Fenoloftaleina, roztwór 1-procentowy.

2.9.3. Wykonanie oznaczania. Do roztworu kleju pastowego przygotowanego wg 2.8.3 dodać 10 kropli fenoloftaleiny i przy ciągłym mieszaniu szybko miareczkować 0,1n roztworem wodorotlenku sodowego do uzyskania lekko różowego zabarwienia.

W przypadkach, w których moment zmiany barwy jest nieostry, zaleca się stosowanie miareczkowania potencjometrycznego. Miareczkowanie jest zakończone, gdy pehametr wskaże wartość pH = 8,3.

2.9.4. Obliczanie wyniku. Kwasowość (X_2) badanego kleju pastowego obliczyć w milimetrach 1n roztworu NaOH na 100 g produktu, wg wzoru

$$X_2 = \frac{a \cdot 10}{b}$$

w którym:

- a - objętość 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do oznaczania, ml,
- b - odważka badanego kleju, g.

2.10. Oznaczanie alkaliczności

2.10.1. Przyrządy - wg 2.9.1.

2.10.2. Odczynniki

- a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 0,1n.
- b) Fenoloftaleina, roztwór 1-procentowy.
- c) Oranż metylowy, roztwór 0,1-procentowy.

2.10.3. Wykonanie oznaczania w klejach suchych.

W zlewce pojemności 600 ml odważyć na wadze technicznej 5 g kleju z dokładnością do 0,01 g. Małymi porcjami dodawać 35 ml wody destylowanej wolnej od dwutlenku węgla. Po dokładnym wymieszaniu odstawić roztwór klejowy na 15 min, następnie przy ciągłym mieszaniu dodać dalsze 215 ml wody destylowanej wolnej od dwutlenku węgla. Do przygotowanego roztworu dodać 10 kropli fenoloftaleiny i przy ciągłym mieszaniu szybko miareczkować 0,1n roztworem kwasu solnego do momentu odbarwienia roztworu.

W przypadkach, w których moment zmiany barwy jest nieostry, zaleca się stosowanie miareczkowania potencjometrycznego. Miareczkowanie jest zakończone, gdy pehametr wskaże wartość pH = 8,3.

2.10.4. Wykonanie oznaczania w klejach pastowych. Do roztworu przygotowanego wg 2.8.3 dodać 10 kropli roztworu oranżu metylowego i przy ciągłym mieszaniu szybko miareczkować 0,1n roztworem kwasu solnego do uzyskania żółtego zabarwienia.

W przypadkach, w których moment zmiany barwy jest nieostry, zaleca się stosowanie miareczkowania potencjometrycznego. Miareczkowanie jest zakończone, gdy pehametr wskaże wartość pH = 4,0.

2.10.5. Obliczanie wyniku. Alkaliczność (X_3) badanego kleju obliczyć w mililitrach 1n roztworu kwasu solnego na 100 g produktu, wg wzoru

$$X_3 = \frac{a \cdot 10}{b}$$

w którym:

- a - objętość 1n roztworu kwasu solnego zużytego do oznaczania, ml,
- b - odważka badanego kleju, g.

2.11. Oznaczanie lepkości

2.11.1. Przyrządy

- a) Waga techniczna.
- b) Lepkościomierz Hüpplera wg PN-68/C-04019 z ultratermostatem nastawionym do pracy w temperaturze $20 \pm 0,2^\circ\text{C}$.
- c) Areometr do pomiaru gęstości.
- d) Sekundomierz.
- e) Łaźnia wodna z termoregulacją.

2.11.2. Przygotowanie próbek

2.11.2.1. Przygotowanie próbek klejów suchych.

Na wadze technicznej odważyć z dokładnością do 0,1 g taką ilość badanego kleju, aby zawartość suchej masy wynosiła 10 g. Wielkość odważki kleju (N) obliczyć ze wzoru

$$N = \frac{10 \cdot 100}{100 - X_1}$$

w którym: X_1 - wilgotność badanego kleju.

Do wytarowanej zlewki pojemności 250 ml z termometrem bagietkowym wlać 130 ml wody destylowanej, do której przy ciągłym mieszaniu wsypywać małymi porcjami przygotowaną odważkę kleju. Mieszać 15 min, następnie roztwór pozostawić na 30 min, po czym uzupełnić wodą destylowaną do $150 \pm 0,01$ g. Dokładnie wymieszać i doprowadzić do temperatury $20 \pm 0,2^\circ\text{C}$.

2.11.2.2. Przygotowanie próbek klejów pastowych.

W zlewce pojemności 400 ml wytarowanej z termometrem bagietkowym, odważyć na wadze technicznej 100 g kleju pastowego z dokładnością do 0,01 g. Dodać 100 ml wody destylowanej, wstawić zlewkę do wrzącej łaźni wodnej i ogrzać do temperatury 80°C , ciągle mieszając. Następnie zawartość zlewki schłodzić do temperatury $20 \pm 0,2^\circ\text{C}$ i uzupełnić roztwór klejowy wodą destylowaną do $200 \pm 0,01$ g.

W przypadku kleju skrobiowego NA odważyć 50 g i przy ciągłym mieszaniu dodawać małymi porcjami 150 ml wody destylowanej. Roztwór klejowy uzupełnić na wadze technicznej wodą destylowaną do $200 \pm 0,01$ g i dokładnie wymieszać.

2.11.3. Wykonanie oznaczania. Roztwór klejowy przygotowany wg 2.11.2.1 lub 2.11.2.2 przelać do cylindra pomiarowego i zmierzyć areometrem gęstość. Badany roztwór wlać następnie do rurki pomiarowej lepkościomierza Hüpplera i włożyć kulkę pomiarową tak dobraną, aby czas opadania mieścił się w granicach od 20 do 200 s.

Po upływie 10 min zmierzyć sekundomierzem czas jej opadania z dokładnością do 0,2 s. Pomiar wykonać trzykrotnie.

2.11.4. Obliczanie wyniku. Lepkość (X_4) obliczyć w centypuazach (cP) wg wzoru

$$X_4 = t(c_k - c_r) \cdot K$$

w którym:

- t - czas opadania kulki, s,
- c_k - gęstość kulki, g/cm^3 ,
- c_r - gęstość badanego roztworu kleju, g/cm^3 ,
- K - stała zastosowanej kulki, $\text{cP} \cdot \text{cm}^3/\text{g} \cdot \text{s}$.

2.11.5. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 5 cP.

Wynik podawać z dokładnością do 1 cP.

2.12. Oznaczanie wytrzymałości spoiny klejowej2.12.1. Przyrządy

- a) Zrywarka typ ZP-4, ZP-10 lub ZP-20.
 b) Paski 15 X 120 mm papieru wg BN-68/7326-10 workowego, zwykłego, o gramaturze 71-76 g/m².

2.12.2. Wykonanie oznaczania. Na 20-milimetryowy końcowy odcinek doświadczalnego paska papieru rozprowadzić przecikiem szklanym równomiernie masę klejową przygotowaną wg 2.11.2, nałożyć drugi pasek papieru, docisnąć ręcznie i wyrównać powierzchnię sklejenia. Dla jednej próbki kleju przygotować w ten sam sposób 5 pasków papieru.

Złączone paski papieru pozostawić na 1,5 godz w temperaturze pokojowej.

Uruchomić zrywarkę zgodnie z instrukcją. Pomiar wykonać w zakresie siły 0 ÷ 2 Kp, przy prędkości przesuwu szczęk 42 mm/min i odległości między szczękami 150 mm. Maksymalną siłę potrzebną do rozwarstwienia pasków papieru wzdłuż spoiny klejowej odczytać ze skali aparatu. Otrzymany odczyt w kilopondach (Kp) podać w kG, przy czym 1 Kp = 1 kG, lub przeliczyć na niutony (N) wg wzoru

$$1 \text{ kG} = 9,80665 \text{ N}$$

2.12.3. Wynik. Z otrzymanych odczytów odrzucić dwa skrajne odczyty, z pozostałych trzech obliczyć średnią arytmetyczną. Wynik podawać z dokładnością do 0,1 kG.

2.13. Oznaczanie rozpuszczalności2.13.1. Przyrządy

- a) Waga techniczna.
 b) Mieszadło elektryczne.

2.13.2. Wykonanie oznaczania. Na wadze technicznej odważyć 10 g badanego kleju suchego z dokładnością do 0,01 g. Do zlewki pojemności 250 ml wlać 80 ml wody destylowanej o temperaturze pokojowej, zanurzyć i uruchomić mieszadło elektryczne. Przygotowaną odważkę kleju wsypywać małymi porcjami, zwiększając stopniowo obroty mieszadła. Mieszać 15 min, po czym masę klejową odstawić na 1 godz. Po tym czasie masa powinna być jednorodna, bez obecności grudek i zlepów.

Przy oznaczaniu rozpuszczalności kleju skrobiowego glutinex K, odważkę 20 g kleju wsypywać do

zlewki zawierającej 110 ml wody destylowanej i postępować jak podano poprzednio.

2.14. Oznaczanie żywotności masy klejowej. Masę klejową przygotowaną wg 2.13.2 przechowywać w zamkniętym słoiku szklanym w temperaturze pokojowej przez 24 godz, licząc czas od chwili zmieszania kleju z wodą. Po upływie tego czasu masa klejowa nie powinna zmieniać swych pierwotnych właściwości, nie powinna fermentować, wydzielać wody itp.

2.15. Oznaczanie zawartości popiołu2.15.1. Przyrządy

- a) Waga analityczna.
 b) Piec do spalań, z termoregulacją.
 c) Tygla porcelanowe o średnicy górnej 40 mm i wysokości 70 mm.
 d) Eksykator napełniony żelem krzemionkowym lub chlorkiem wapniowym.

2.15.2. Wykonanie oznaczania. W wyprażonym do stałej masy i wytarowanym tyglu porcelanowym odważyć na wadze analitycznej 2 ÷ 3 g kleju z dokładnością do 0,0002 g. Zawartość tygla wstępnie zwęglić z dostępnym powietrzem w picu do spalań, a następnie prażyć w temperaturze 600 ± 20°C do stałej masy. Po wyprażeniu przenieść tygiel do eksykatora na 45 min do 2 godz, po czym zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

2.15.3. Obliczanie wyniku. Zawartość popiołu (X₅) w suchej masie kleju obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{(c - a) \cdot 10000}{(b - a) \cdot (100 - X_1)}$$

w którym:

- a - masa pustego tygla, g,
 b - masa tygla z klejem przed prażeniem, g,
 c - masa tygla z klejem po prażeniu, g,
 X₁ - wilgotność badanego kleju, %.

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

Wynik podać z dokładnością do pierwszego miejsca po przecinku.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Zjednoczenie Przemysłu Ziemniaczanego.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/8085-02

- a) wprowadzono metodę oznaczania stopnia rozdrobnienia, zanieczyszczeń mechanicznych, wytrzymałości spoiny klejowej,
 b) wyeliminowano metodę oznaczania substancji mineralnych nierozpuszczalnych w 10-procentowym kwasie solnym,
 c) uaktualniono i uściślono opis metod oznaczania

3. Normy związane

PN-68/C-04019 Pomiar lepkości dynamicznej lepkościerzem Høpplera

PN-67/M-94000 Sita tkane o oczkach kwadratowych ogólnego przeznaczenia

BN-68/7326-10 Papiery workowe

4. Autorzy projektu normy - mgr inż. Bożena Marlewska, mgr Ludmiła Trzcńska - Wielkopolskie Przedsiębiorstwo Przemysłu Ziemniaczanego w Luboniu.

Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Ziemniaczanego

28

BN-74/8085-02 Metody badań klejów skrobiowych i dekstrynowych
XII 49

zmiana 1
14.4.77 r.

1. Punkt **2.12.1. Przyrządy** uzupełnia się poz. c) Łaźnia wodna termoregulacją.
2. Dopisuje się p. **2.12.2. Przygotowanie próbek** o następującej treści:
Odważyć w zlewce pojemności 250 ml na wadze technicznej 50 g kleju dekstrynowego z dokładnością do 0,01 g i dodać 10 ml wody destylowanej. Zlewkę wstawić do łaźni wodnej i ogrzać do temperatury 60°C, którą utrzymywać do momentu całkowitego rozpuszczenia kleju. Następnie schłodzić zawartość zlewki do temperatury $20 \pm 0,2^\circ\text{C}$.
Masę klejową z klejów skrobiowych przygotować wg 2.13.2 i stosować do oznaczania zaraz po przygotowaniu.
3. Punkt 2.12.2 otrzymuje numer **2.12.3. Wykonanie oznaczania** o treści: Z papieru workowego wyciąć 2 prostokąty o wymiarach $12 \times 7,5$ cm. Próbkę roztworu klejowego przygotowanego wg 2.12.2 w ilości 1 ml rozprowadzić równomiernie na powierzchnię jednego prostokąta, nałożyć na niego drugi prostokąt papieru i docisnąć ręcznie. Złączone prostokąty pozostawić na 1,5 godz w temperaturze pokojowej, następnie wyciąć na 5 pasków o wymiarach $12 \times 1,5$ cm i użyć do oznaczania.
Uruchomić zrywarkę... ciąg dalszy bez zmian.
4. Punkt **2.12.3. Wynik** otrzymuje numer **2.12.4. Wynik**.

(Biuletyn PKNiM nr 8/77 poz. 70)