

UŻYWKI	NORMA BRANŻOWA WYMAGANIA IMPORTOWE	BN-88
	Herbata czarna Oznaczanie zawartości włókna surowego	8191-11
		Grupa katalogowa 1256

PRZEDMOWA

BN-88/8191-11 jest, za wyjątkiem niewielkich zmian układu i punktacji, merytorycznie zgodna z angielską wersją załącznika do międzynarodowej normy ISO 3720-1981 „Black Tea. Specification” o tytule „Method for the determination of crude fibre in tea”. Równoważność powołanych norm krajowych z odpowiednimi normami ISO podano w tekście normy i Informacjach dodatkowych. Przedmowa oraz Informacje dodatkowe stanowią krajowe uzupełnienie treści załącznika do normy międzynarodowej ISO 3720 — 1981.

W przypadkach spornych rozstrzygający jest tekst angielski.

Treść „Metody oznaczania zawartości włókna surowego w herbacie” wg załącznika do Normy Międzynarodowej ISO 3720 — 1981 „Herbata czarna. Charakterystyka techniczna”.

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania zawartości włókna surowego w herbacie czarnej.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę stosuje się do oznaczania zawartości włókna surowego w herbacie czarnej w imporcie i obrocie.

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

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada metody polega na ilościowym oznaczaniu metodą wagową substancji organicznych nierozpuszczalnych w czasie gotowania próbki w 1,25%(m/V) roztworze kwasu siarkowego i 1,25%(m/V) roztworze wodorotlenku sodowego.

2.2. Aparatura i przyrządy

- Waga analityczna.
- Suszarka elektryczna z regulacją temperatury 103°C ±2°C, jeżeli to możliwe z wymuszonym obiegiem powietrza.
- Piec elektryczny do spalań z regulacją temperatury 525°C ±25°C.
- Pompa wodna próżniowa.
- Zlewka pojemności 600 ml.
- Kolba okrągłodenna pojemności 500 ml.

g) Eksykator z odpowiednio skutecznym środkiem suszącym.

h) Tygiel Goocha wypełniony cienką, ale ścisłą i równomierną warstwą azbestu, wyprażony do stałej masy tak, aby różnica między kolejnymi ważeniami była nie większa niż 0,001 g.

i) Sączki bawełniane lub lniane; tkanina o gęstości 18 ÷ 20 nitek na 1 cm.

2.3. Odczynniki i roztwory. Używane odczynniki muszą być czystości analitycznej. Używana woda musi być wodą destylowaną.

a) Kwas siarkowy cz.d.a. roztwór 1,25%(m/V) gęstość ρ (H₂SO₄) = 1,007 g/ml przygotowany następująco: 12,5 g kwasu siarkowego o gęstości ρ (H₂SO₄) = 1,84 g/ml uzupełnić wodą destylowaną do kreski w kolbie na 1000 ml.

b) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 1,25%(m/V) przygotowany następująco: 12,5 g wodorotlenku sodowego rozpuścić w kolbie pojemności 1000 ml i uzupełnić do kreski wodą destylowaną.

c) Kwas solny cz.d.a., roztwór 1%(m/m).

d) Alkohol etylowy 95÷86%(V/V).

e) Eter etylowy, frakcja wrząca w temperaturze 40 ÷ 60°C.

f) Azbest średnioziarnisty przygotowany w sposób podany w BN-80/8192-05 — egv. ISO 5438.

Uwaga: przygotowując azbest, należy zachować środki ostrożności, aby uniknąć wdychania azbestowego pyłu.

Zgłoszona przez Ministerstwo Współpracy Gospodarczej z Zagranicą Centralny Inspektorat Standaryzacji
Ustanowiona przez Dyrektora Centralnego Inspektoratu Standaryzacji dnia 1 lutego 1988 r.

Zarządzeniem Nr 304/N/88

jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1988 r.

(Dz. Norm. i Miar nr 3/1988 poz. 6)

2.4. Pobieranie i przygotowanie próbek do analizy.

Próbkę do analizy należy pobrać zgodnie z BN-78/8191-01 lub BN-78/8191-02, eqv. ISO 1839.

Do analizy należy użyć rozdrobnioną próbkę o znanej zawartości suchej masy oznaczonej wg BN-78/8191-05, eqv. ISO 1573 i przygotowaną wg BN-78/8191-04, eqv. ISO 1572.

2.5. Wykonanie oznaczania. Zważyć, z dokładnością do 0,001 g, około 2,5 g rozdrobnionej próbki. Odważyć przenieść do zlewki pojemności 600 ml i dodać 200 ml gorącego roztworu kwasu siarkowego. Natychmiast przykryć zlewkę skraplaczem, który stanowi kolba z dnem okrągłym pojemności 500 ml, napełnioną zimną wodą i doprowadzić zawartość zlewki do wrzenia w ciągu 1 min. Utrzymywać roztwór w stanie wrzenia przez 30 min, obracając często zlewkę ruchem kołowym w celu usunięcia cząsteczek przylegających do ścianek zlewki. Jeżeli zajdzie potrzeba dodać niewielką ilość środka przeciwpieniącego. Usunąć źródło ogrzewania, dodać 50 ml zimnej wody do roztworu znajdującego się w zlewce i przesączyć przez sączek. Sączenie powinno trwać nie więcej niż 10 min. Pozostałość na sączku przemywać wrzącą wodą do zaniku reakcji kwaśnej wobec papierka lakmusowego. Pozostałość na sączku spłukać strumieniem wrzącej wody do zlewki używanej przy wytrawieniu i dodać 200 ml wrzącego roztworu wodorotlenku sodowego. Przykryć zlewkę skraplaczem i doprowadzić do wrzenia w ciągu 1 min. Utrzymywać w stanie wrzenia dokładnie 30 min, przestrzegając środków ostrożności jak przy wytrawianiu próbki kwasem siarkowym. Natychmiast sączyć pod próżnią przez tygiel Goocha. Pozostałość na ściankach zlewki spłukać wrzącą wodą i przenieść ilościowo na lejek Goocha.

Osad na lejku Goocha przemywać wrzącą wodą oraz roztworem kwasu solnego w ilości 5 ml, a następnie wrzącą wodą do zaniku reakcji kwaśnej wobec papierka lakmusowego. Na koniec osad przemyć alkoholem etylowym w ilości 15 ml i eterem etylowym w ilości 15 ml oraz usunąć ślady rozpuszczalnika.

Tygiel z osadem suszyć w $103^{\circ}\text{C} \div 105^{\circ}\text{C}$ i po ostudzeniu zważyć. Suszenie uznać za zakończone, gdy różnica między kolejnymi ważeniami będzie nie większa niż 0,001 g. Zanotować ostateczny wynik z dokładnością do 0,001 g. Tygiel z zawartością wyprażyć w piecu w temperaturze $525^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ do usunięcia substancji organicznych. Tygiel z osadem ostudzić i zważyć z dokładnością do 0,001 g.

Uwaga

W oznaczaniu włókna surowego w wielu produktach żywnościowych materiał do analizy jest ekstrahowany eterem naftowym w celu usunięcia tłuszczu. Dla produktów, które zawierają mniej niż 10% tłuszczu, włączając herbatę, tego rodzaju ekstrakcja nie jest potrzebna.

2.6. Obliczanie wyników. Zawartość włókna surowego (X) obliczyć w procentach wagowych w przeliczeniu na suchą masę wg wzoru

$$X = \frac{100(m_2 - m_3)}{m_1} \cdot \frac{100}{m_4}$$

w którym:

- m_1 — masa odważki, g,
- m_2 — masa tygla, azbestu i osadu przed prażeniem, g,
- m_3 — masa tygla zawierającego azbest z pozostałością po prażeniu, g,
- m_4 — zawartość suchej masy w procentach wagowych oznaczana wg BN-78/8191-04.

2.7. Powtarzalność wyników. Różnica między dwoma równoległymi oznaczeniami włókna surowego przeprowadzonymi równocześnie lub w krótkim odstępie czasu przez tego samego analityka nie powinna przekraczać 0,5% (wartości absolutnej).

2.8. 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 Z A Ł A C Z N I K A D O N O R M Y M I Ę D Z Y N A R O D O W E J I S O 3720-1981

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Normy i dokumenty związane

- BN-78/8191-01 — Herbata. Pobieranie próbek herbaty w opakowaniach detalicznych. Eqv. ISO 1839
- BN-78/8191-02 Herbata. Pobieranie próbek herbaty pakowanej luzem z pojemników o masie większej niż 20 kg netto. Eqv. ISO 1839
- BN-78/8191-04 Herbata. Przygotowanie rozdrobnionej próbki herbaty o znanej zawartości suchej masy. Eqv. ISO 1572
- BN-78/8191-05 Herbata. Oznaczanie ubytku masy w 103°C . Eqv. ISO 1573
- BN-80/8192-05 Przyprawy korzenne. Oznaczanie włókna surowego Eqv. ISO 5498

3. Normy i dokumenty międzynarodowe

- ISO 1572 Tea — Preparation of ground of known dry matter content
- ISO 1573 Tea — Determination of loss in mass at 103°C
- ISO 1839 Tea — Sampling
- ISO 3720 Black Tea — Specification Annex Method for the determination of crude fibre in tea
- ISO 5498 Agricultural food products — Determination of crude fibre content — General method
- 4. Zgodność z normą międzynarodową** — BN-88/8191-11 jest zgodna z normą międzynarodową — ISO 3720 „Black Tea — Specification”. Annex „Method for the determination of crude fibre in tea”.

5. Autor projektu tłumaczenia normy — mgr inż. Danuta Walczyk Centralny Inspektorat Standaryzacji.