

PRZYPRAWY KORZENNE	NORMA BRANŻOWA WYMAGANIA IMPORTOWE	BN-79
	Przyprawy korzenne Oznaczanie popiołu	8192-03
		Zamiast ¹⁾
		Grupa katalogowa XII 55

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody oznaczania zawartości popiołu ogólnego, popiołu nierozpuszczalnego w wodzie i nierozpuszczalnego w kwasie solnym, otrzymanych z przypraw korzennych.

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

1.3. Określenia

1.3.1. Popiół ogólny – pozostałość otrzymana po wyprężeniu próbki przypraw korzennych w temperaturze $550 \pm 25^{\circ}\text{C}$ lub w przypadku imbiru, goździków, gałki muskatołowej i kwiatu muskatołowego – w temperaturze $600 \pm 25^{\circ}\text{C}$, w warunkach określonych metodą.

1.3.2. Popiół nierozpuszczalny w wodzie – część popiołu ogólnego pozostała po ługowaniu gorącą wodą w warunkach określonych metodą.

1.3.3. Popiół nierozpuszczalny w kwasie solnym – część popiołu ogólnego lub nierozpuszczalnego w wodzie pozostała po rozpuszczeniu w kwasie solnym w warunkach określonych metodą.

2. METODY OZNACZANIA

2.1. Oznaczanie popiołu ogólnego

2.1.1. Zasada oznaczania polega na rozkładzie substancji organicznej przez ogrzewanie odważki próbki do stałej masy w temperaturze $550 \pm 25^{\circ}\text{C}$ lub w przypadku imbiru, goździków, gałki muskatołowej i kwiatu muskatołowego – w temperaturze $600 \pm 25^{\circ}\text{C}$.

2.1.2. Aparaty i przyrządy

a) Tygłe pojemności $50 \div 100 \text{ cm}^3$, platynowe, porcelanowe lub inne, nie ulegające zmianom w warunkach analizy.

¹⁾ BN-67/8132-01, BN-64/8132-02, BN-64/8132-04, BN-64/8132-05, BN-67/8132-06, BN-67/8132-09, BN-67/8132-10, BN-67/8132-11 – w zakresie metody oznaczania zawartości popiołu.

b) Piec z termoregulacją w zakresie $550 \div 625^{\circ}\text{C}$.

c) Łaźnia wodna.

d) Płytki elektryczna.

e) Waga analityczna.

f) Eksykator z efektywnym środkiem suszącym.

2.1.3. Odczynniki

a) Alkohol etylowy 95% obj.

b) Kwas azotowy (1,502) cz. d. a. roztwór 1 : 1.

2.1.4. Pobieranie i przygotowanie próbki do analizy.

Pobieranie próbek – wg BN-79/8132-17. Przygotowanie zmielonej próbki do analizy – wg BN-78/8132-18.

2.1.5. Wykonanie oznaczania.

Odważyć około 2 g zmielonej próbki z dokładnością do 0,001 g do tygla wyprażonego do stałej masy. Zawartość tygla zwilżyć około 2 cm^3 alkoholu etylowego i zapalić. Po wypaleniu się alkoholu tygiel powoli ogrzewać na płytce elektrycznej do zwęglenia się zawartości, a następnie prażyć w piecu w temperaturze $550 \pm 25^{\circ}\text{C}$ lub $600 \pm 25^{\circ}\text{C}$ zgodnie z p. 2.1.1. Tygiel wyjąć z pieca, gdy popiół będzie wolny od widocznych cząstek węgla. Okres 2 h prażenia bywa zwykle wystarczający. Po ochłodzeniu tygla popiół zwilżyć kilkoma kroplami wody, odparować do sucha na łaźni wodnej i po ogrzaniu na płytce ponownie prażyć przez 1 h.

Jeżeli po zwilżeniu wodą popiół będzie wolny od widocznych cząstek węgla, tygiel przenieść do eksykatora i po ochłodzeniu zważyć. Natomiast w przypadku obecności zwęglonych cząstek, operację zwilżania wodą i prażenia powtarzać do ich zaniku. Od tej chwili tygiel prażyć jeszcze przez 1 h. Jeżeli nadal są obecne cząstki węgla, popiół wyługować gorącą wodą, przesączyć przez średni sącdek bezpopiołowy i dokładnie przemyć wodą osad. Następnie sącdek wraz z pozostałością umieścić w tym samym tygla, wysuszyć i prażyć w piecu w temperaturze $550 \pm 25^{\circ}\text{C}$ lub $600 \pm 25^{\circ}\text{C}$ zgodnie z p. 2.1.1 do chwili otrzymania popiołu o białej barwie. Po ochłodzeniu tygla przenieść do niego przesącz, odparować do sucha na łaźni wodnej i prażyć w temperaturze $525 \pm 25^{\circ}\text{C}$. Po ostudzeniu w eksykatorze zważyć i ponownie prażyć, powtarzając powyższą czynność

Zgłoszona przez Ministerstwo Handlu Zagranicznego i Gospodarki Morskiej – Centralny Inspektorat Standaryzacji
Ustanowiona przez Dyrektora Centralnego Inspektoratu Standaryzacji dnia 25 sierpnia 1979 r.
Zarządzeniem nr 259/N/79 jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1980 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 21/1979 poz. 95)

do chwili, aż różnica między dwoma kolejnymi ważeniami będzie nie wyższa niż 0,002 g. Zanotować najniższą masę.

Popiół ogólny zachować do oznaczania jego rozpuszczalności w wodzie i kwasie solnym. Wykonać dwa równoległe oznaczania z tej samej rozdrobnionej próbki.

2.1.6. Oznaczanie popiołu ogólnego w gorczycy mielonej.

Postępować wg 2.1.5 do słów "Jeżeli nadal są obecne widoczne cząstki węgla...". Następnie popiół wyługować gorącą wodą, przesączyć przez średni sączonek bezpopiołowy i dokładnie przemyć osad. Sączonek z osadem umiścić w tym samym tyglu i po odparowaniu na łaźni wodnej oraz wysuszeniu w suszarce w temperaturze $103 \pm 2^\circ\text{C}$ prażyć ponownie w temperaturze $525 \pm 25^\circ\text{C}$ przez 1 h. Tygiel wyjąć i po ostudzeniu dodać 5÷10 kropli kwasu azotowego, odparować do sucha na łaźni wodnej i prażyć w temperaturze $525 \pm 25^\circ\text{C}$ przez 0,5 h. Po ostudzeniu tygla ponownie dodać 5÷10 kropli kwasu azotowego, odparować do sucha i prażyć w tej samej temperaturze przez 1 h. Następnie postępować wg 2.1.5, zaczynając od słów "Po ochłodzeniu tygla przenieść do niego przesącz i odparować do sucha..".

2.1.7. Obliczanie wyników

a) zawartość popiołu ogólnego (X) wyrażoną w % wag. obliczyć wg wzoru

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

w którym:

m_0 - masa pustego tygla, g,

m_1 - masa tygla z odważką, g,

m_2 - masa tygla z popiołem, g.

b) zawartość popiołu ogólnego (X_1) wyrażoną w % wag. suchej masy próbki obliczyć wg wzoru

$$X_1 = (m_2 - m_0) \cdot \frac{100}{m_1 - m_2} \cdot \frac{100}{100 - H} \quad (2)$$

w którym:

m_0, m_1, m_2 - jak we wzorze (1),

H - zawartość wody w próbce, oznaczona wg BN-78/8132-19, %.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń różniących się nie więcej niż 0,2% wartości bezwzględnej. Wynik podać z dokładnością do pierwszego miejsca dziesiętnego.

2.2. Oznaczanie popiołu nierozpuszczalnego w wodzie

2.2.1. Zasada oznaczania polega na ługowaniu popiołu ogólnego otrzymanego wg 2.1 gorącą wodą destylowaną, odsączeniu nierozpuszczalnej pozostałości przez średni sączonek bezpopiołowy, następnie spopieleniu sączonek wraz z osadem i ważeniu pozostałości.

2.2.2. Aparaty i przyrządy - wg 2.1.2.

2.2.3. Wykonanie oznaczania. Do oznaczania użyć popiołu ogólny otrzymany wg 2.1. Do tygla z odważką popiołu dodać wody destylowanej i ogrzewać prawie do wrzenia. Zawartość tygla przesączyć przez średni sączonek bezpopiołowy i przemywać gorącą wodą do uzyskania około 60 cm^3 przesączu. Sączonek z pozostałym osadem przenieść do tego samego tygla, ostrożnie odparować na łaźni wodnej, wysuszyć i prażyć w piecu w temperaturze $550 \pm 25^\circ\text{C}$. Ostudzić w eksykatorze i zważyć, następnie ponownie prażenie przez 1 h i po ostudzeniu w eksykatorze zważyć. Czynność powyższą powtarzać do momentu, aż różnica mas między kolejnymi ważeniami nie będzie wyższa niż 0,001 g. Zanotować najniższą masę. Wykonać dwa równoległe oznaczania z popiołu ogólnego, otrzymanego z dwóch równoległych oznaczeń.

2.2.4. Obliczanie wyników

a) zawartość popiołu nierozpuszczalnego w wodzie (Y) wyrażoną w % wag. obliczyć wg wzoru

$$Y = (m_3 - m_0) \cdot \frac{100}{m_1 - m_0} \quad (3)$$

w którym:

m_0, m_1 - jak we wzorze (1),

m_3 - masa tygla z popiołem nierozpuszczalnym w wodzie, g.

b) zawartość popiołu nierozpuszczalnego w wodzie (Y_1) wyrażoną w % wag. suchej masy próbki obliczyć wg wzoru

$$Y_1 = (m_3 - m_0) \cdot \frac{100}{m_1 - m_0} \cdot \frac{100}{100 - H} \quad (4)$$

w którym:

m_0, m_1, m_3 - jak we wzorze (3),

H - jak we wzorze (2).

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń, różniących się nie więcej niż 0,2% wartości bezwzględnej. Wynik podać z dokładnością do pierwszego miejsca dziesiętnego.

2.3. Oznaczanie popiołu nierozpuszczalnego w kwasie solnym

2.3.1. Zasada oznaczania polega na rozpuszczaniu w kwasie solnym popiołu ogólnego otrzymanego wg 2.1 lub popiołu nierozpuszczalnego w wodzie otrzymanego wg 2.2, odsączeniu nierozpuszczonej pozostałości, prażeniu do stałej masy i ważeniu.

2.3.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny (1,19) cz. d. a., roztwór: 1 objętość kwasu solnego + 9 objętości wody destylowanej.

b) Azotan srebra cz. d. a., roztwór 10-procentowy.

2.3.3. Aparatura i przyrządy - wg 2.1.2.

2.3.4. Wykonanie oznaczania. Do oznaczania użyć popiołu ogólny otrzymany wg 2.1 lub popiół nierozpuszczalny w wodzie otrzymany wg 2.2.

Do tygla dodać 15±25 cm³ roztworu kwasu solnego wg 2.3.2a), nakryć tygiel szkiełkiem zegarkowym w celu uniknięcia rozprysku cieczy i gotować przez 10 min na płytce elektrycznej lub łaźni wodnej. Pozostawić tygiel do schłodzenia i przesączyć jego zawartość przez średni sączek bezpopiołowy. Następnie przemywać tygiel i sączek gorącą wodą destylowaną, do zaniku reakcji na jon chlorkowy - próba z azotanem srebra. Sączek wraz z pozostałościami przenieść do tego samego tygla, ostrożnie odparować na łaźni wodnej, wysuszyć i prażyć w temperaturze 525 ±25°C w ciągu 1 h. Po ostudzeniu w eksykatorze - zważyć. Czynność powyższą powtarzać do momentu, aż różnica między kolejnymi ważeniami będzie nie wyższa niż 0,001 g. Zanotować najniższą masę.

Wykonać dwa równoległe oznaczenia z popiołu ogólnego lub nierozpuszczalnego w wodzie, otrzymanych z dwóch równoległych oznaczeń.

2.3.5. Obliczanie wyników

a) zawartość popiołu nierozpuszczalnego w kwasie (Z) wyrażoną w % wag. obliczyć wg wzoru

$$Z = (m_4 - m_0) \cdot \frac{100}{m_1 - m_0} \quad (5)$$

w którym:

m_0 , m_1 - jak we wzorze (1),

m_4 - masa tygla z popiołem nierozpuszczalnym w kwasie, g,

b) zawartość popiołu nierozpuszczalnego w kwasie (Z_1) wyrażoną w % wag. suchej masy próbki obliczyć wg wzoru

$$Z_1 = (m_4 - m_0) \cdot \frac{100}{m_1 - m_0} \cdot \frac{100}{100 - H} \quad (6)$$

w którym:

m_0 , m_1 , m_4 - jak we wzorze (5),

H - jak we wzorze (2).

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń, różniących się nie więcej niż o 0,02% wartości bezwzględnej. Wynik podać z dokładnością do drugiego miejsca dziesiętnego.

2.5. Protokół badań. W protokole powinna być podana zastosowana metoda i otrzymany wynik oraz powinny być ujęte 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.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Ministerstwo Handlu Zagranicznego i Gospodarki Morskiej - Centralny Inspektorat Standaryzacji.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-67/8132-01, BN-64/8132-02, BN-64/8132-04, BN-64/8132-05, BN-67/8132-06, BN-67/8132-09, BN-67/8132-10, BN-67/8132-11, BN-67/8132-14. Norma, przyjmując za podstawę zalecenia ISO wymienione w p. 4, zmienia, zastępuje i scala w jednym dokumencie odpowiednie metody badań zawarte w normach branżowych dotyczące następujących przypraw: pieprzu naturalnego ziarnistego, goździków, wanilii naturalnej w łaskach, pieprzu naturalnego mielonego, papryki mielonej, cynamonu, liści laurowych, imbiru, ziela angielskiego.

3. Normy związane

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

BN-78/8132-18 Przyprawy korzenne. Przygotowanie zmie-

lonej próbki do analizy

BN-78/8132-19 Przyprawy korzenne. Oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną

4. Normy zagraniczne i zalecenia międzynarodowe

Anglia BS 4585 British Standard, 1970, Part 3. Methods of Test for Spices and Condiments. Determination of total, water-soluble, water-insoluble, acid-insoluble ash.

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

ISO Recommendation R-928 - 1969, Spices and Condiments. Determination of Total Ash

ISO Recommendation R-929 - 1969, Spices and Condiments. Determination of Water-insoluble Ash

ISO Recommendation R-930 - 1969, Spices and Condiments. Determination of Acid-insoluble Ash

5. Autor projektu normy - mgr Anna Priss - Centralny Inspektorat Standaryzacji.