

Wyd. 24. XII. 97 (N. 3198)
Zaś. PIV-ISO 1446:97

UKD 663.931:633.73.543.812

MINISTERSTWO HANDLU ZAGRANICZNEGO I GOSPODARKI MORSKIEJ CENTRALNY INSPEKTORAT STANDARYZACJI	NORMA BRANŻOWA WYMAGANIA IMPORTOWE	BN-77 8136-10
	Kawa surowa Oznaczanie wilgotności Metoda odwoławcza	
		Grupa katalogowa XII 59

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda odwoławcza oznaczania wilgotności w ziarnie kawy surowej.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę stosuje się jako metodę wzorcową do sprawdzania i ulepszania metod oznaczania wilgotności w ziarnie kawy surowej, uznanych za szczególnie przydatne w praktyce.

1.3. Określenia. Wilgotność kawy surowej jest to ubytek masy, jaki zachodzi w ziarnie kawy, jeżeli pozostaje ono w rzeczywistej równowadze z powietrzem o prężności pary wodnej równej 0, w warunkach wykluczających reakcje uboczne. Przy obecnym stanie wiedzy uważa się, żeznaczony w ten sposób ubytek masy odpowiada rzeczywistej wartości wilgotności w ziarnie kawy surowej.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie ubytku masy ziarna kawy surowej uprzednio rozdrobnionego bez zmiany zawartości wilgotności, a następnie przetrzymanego w równowadze z powietrzem pozbawionym wilgotności, w temperaturze $48 \pm 2^{\circ}\text{C}$ i przy ciśnieniu 20 ± 7 milibarów, tj. około 10 ± 20 mm Hg. Jeżeli wilgotność ziarna jest wyższa niż 11%, należy stosować suszenie wstępne ziarna.

2.2. Aparaty i przyrządy

a/ Urządzenie ssące pozwalające otrzymać próżnię około 10 ± 20 mm Hg np. pompa wodna.

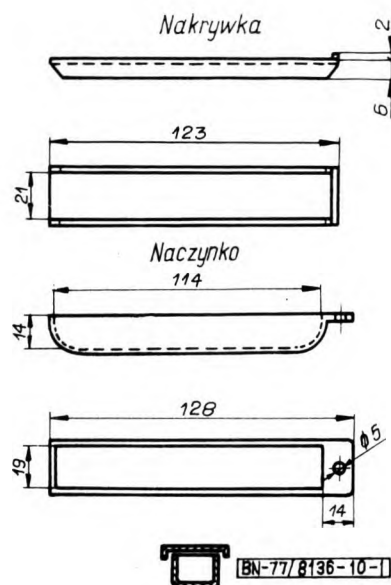
b/ Młynek do rozdrabniania ziarna:

- wykonany z materiału niepochłaniającego wilgotności,
- łatwy do czyszczenia i mający możliwie najmniejszą przestrzeń martwą,

- umożliwiający szybkie, jednolite rozdrabnianie bez powodowania nadmiernego rozgrzewania się i zapobiegający tak dalece, jak to tylko możliwe kontaktowi rozdrabnianego ziarna z otaczającym powietrzem,

- umożliwiający taką regulację przemiału ziarna, aby po rozdrobnieniu zawierał nie mniej niż 90% cząstek o średnicy mniejszej niż 1 mm i nie mniej niż 50% cząstek o średnicy mniejszej niż 0,5 mm,

c/ Naczynka metalowe do odważki wg rys.1 /wymiary w mm/.



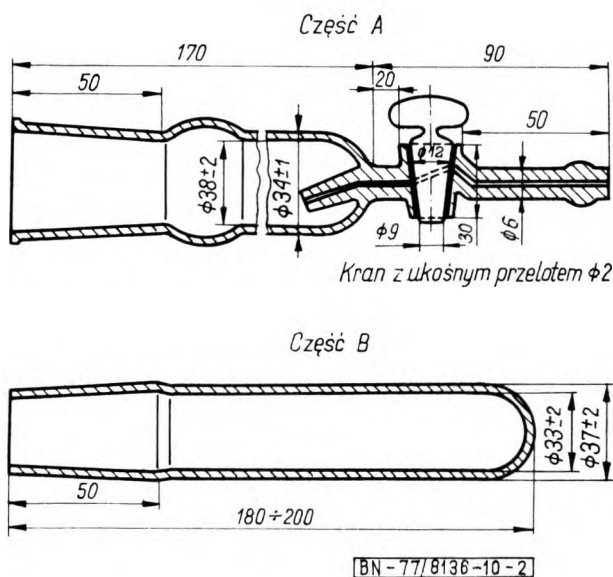
Rys. 1. Naczynko z nakrywką do odważki

Naczynka powinny być odporne na korozję, mieć dostatecznie szczelne nakrywki i efektywną powierzchnię suszenia, umożliwiającą takie na niej rozłożenie odważki, aby jej masa na 1 cm^2 powierzchni była nie większa niż 0,3 g. Przedstawione na rys. 1 naczynko ma płaskie dno o efektywnej powierzchni 16 cm^2 i wysokość wewnętrzną ścianki 14 mm. Jego wymiary są dostosowane do wymiarów próbówki do suszenia przedstawionej na rys. 2. Na uchwycie naczynka jest otwór o średnicy 5 mm, umożliwiający wyciąganie naczynka z próbówki do suszenia za pomocą haczyka.

Zgłoszona przez Ministerstwo Handlu Zagranicznego i Gospodarki Morskiej Centralny Inspektorat Standaryzacji
Ustanowiona przez Dyrektora Centralnego Inspektoratu Standaryzacji dnia 4 lutego 1977 r. Zarządzeniem nr 229/N/77
jako norma obowiązująca w zakresie importu i obrotu od dnia 1 października 1977 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 7/1977 poz. 20)

d/ Łódeczka szklana lub porcelanowa zawierająca pięciotlenek fosforu cz. d. a. Efektywna powierzchnia pięciotlenku fosforu powinna być co najmniej równa powierzchni naczynka, tj. 16 cm^2 ; grubość jego warstwy powinna wynosić około 10 mm.

e/ Probówka do suszenia dwuczęściowa, wykonana ze szkła wg rys. 2 /wymiary w mm/.



Rys. 2. Probówka do suszenia – dwuczęściowa

Probówka przedstawiona na rys. 2 składa się z dwóch części: A i B. Łączą się one szlifem stożkowym o średnicy 40 mm i długości 50 mm. W części A znajduje się półkapilarna rurka z kranem, służąca do odpowietrzania. Część B jest na jednym końcu zamknięta. Probówka jest dostosowana do umieszczenia w wnętrzu części B naczynka do odważki, przedstawionego na rys. 1.

f/ Suszarka elektryczna z bocznymi otworami wentylacyjnymi i regulacją temperatury lub inne urządzenie suszące, umożliwiające przetrzymywanie części B probówki zawierającej naczynko w temperaturze $48 \pm 2^\circ \text{C}$.

g/ Płuczka wypełniona stężonym kwasem siarkowym o gęstości 1,84 cz. d. a.

2. 3. Przygotowanie próbki do analizy

2. 3. 1. Wykonanie orientacyjnego oznaczania wilgotności ziarna kawy w średniej próbce laboratoryjnej – wg BN-77/8136-09 metodą praktyczną lub inną szybką metodą. W tym celu średnią próbkę laboratoryjną sporządzoną wg BN-76/8136-06, z przeznaczeniem do oznaczania wilgotności, odtworzyć, dokładnie i szybko wymieszać w takich warunkach, aby wilgotność jej nie uległa zmianie. Wydzielić z niej odważkę ziarna o masie określonej w zastosowanej metodzie. Dalej postępować zgodnie z zastosowaną metodą.

2. 3. 2. Wybór dalszego postępowania przy wykonaniu oznaczania wilgotności

– jeżeli oznaczanie orientacyjne wykaże, że wilgotność ziarna jest wyższa niż 11%, należy stosować suszenie wstępne wg 2. 4. 1, a następnie suszenie właściwe wg 2.4.2; konieczność suszenia wstępnego ziarna kawy o wysokiej wilgotności wynika stąd, że jego rozdrabnianie jest trudne, a ponadto w czasie rozdrabniania powstają straty wilgotności,

– jeżeli oznaczanie orientacyjne wykaże wilgotność ziarna niższą niż 11%, należy stosować tylko suszenie właściwe wg 2. 4. 2.

2. 3. 3. Wydzielenie próbki do analizy. Ze średniej próbki laboratoryjnej pobrać szybko $3 \div 4 \text{ g}$ ziarna kawy surowej. Jeżeli w wydzielonej masie ziarna są obce zanieczyszczenia np. kamyczki, kawałki drewna, gwoździe, należy odrzucić ją i wydzielić następną. Każdą z wydzielonych próbek do analizy traktować oddzielnie w całym cyklu postępowania analitycznego.

2. 4. Wykonanie oznaczania

2. 4. 1. Suszenie wstępne. Wydzieloną do analizy próbkę nierozdrobnionego ziarna wg 2. 3. 3 umieścić w naczynku metalowym z nakrywką, uprzednio wysuszonym do stałej wagi i zważonym. Naczynko z próbką zważyć z dokładnością do 0,0002 g. Następnie otwarte naczynko umieścić w części B probówki do suszenia. W części A probówki umieścić łódeczkę wypełnioną warstwą pięciotlenku fosforu o grubości około 10 mm. Obie części probówki połączyć poprzez szlif stożkowy, posmarowany uprzednio odpowiednim smarem. Rurkę z kranem połączyć z urządzeniem ssącym i zredukować ciśnienie wewnątrz probówki do $10 \div 20 \text{ mm Hg}$. Zarówno w czasie wytwarzania próżni w probówce, jak i sprowadzania jej do ciśnienia atmosferycznego przepływ powietrza powinien odbywać się bardzo wolno, tak aby nie powodował ruchu cząstek badanego materiału. Można to osiągnąć, np. stosując rurkę półkapilarną.

Zamknąć kran, odłączyć urządzenie ssące i umieścić probówkę w suszarce w taki sposób, aby część B probówki zawierająca próbkę była umieszczona w jednym z otworów suszarki i w jej wnętrzu, natomiast część A probówki zawierająca pięciotlenek fosforu powinna pozostawać na zewnątrz suszarki. Czas trwania wstępnego suszenia powinien wynosić $2 \div 3 \text{ godz}$. Po tym czasie, krótszym lub dłuższym, w zależności od początkowej wilgotności ziarna, probówkę wyjąć z suszarki, upewnić się czy wewnątrz probówki jest dostatecznie niskie ciśnienie, takie aby zapobiegało rozłączeniu się obu części na szlifie. Pozostawić probówkę aby ostygła. Następnie do probówki wprowadzić powietrze osuszone w płuczce z kwasem siarkowym. Probówkę otworzyć, wyjąć metalowe naczynko, nakryć je nakrywką i natychmiast zważyć. Jeżeli stwierdza się dostateczny ubytek ma-

sy sprowadzający wilgotność suszonej próbki do mniejszej niż 11 %, przeprowadzić natychmiast rozdrabnianie próbki. Jeżeli wilgotność jest jeszcze zbyt wysoka, wymienić pięciotlenek fosforu w łódeczce i powtarzać wstępne suszenie wyżej podanym sposobem do chwili, aż wilgotność analizowanej próbki będzie wynosiła w przybliżeniu $8 \pm 10\%$. Warunki wstępnego suszenia należy dobrać tak, aby wilgotność ziarna została doprowadzona w przybliżeniu do równowagi hygroskopijnej z otaczającym powietrzem w laboratorium o temperaturze $18 \pm 20^{\circ}\text{C}$ i wilgotności względnej $50 \pm 80\%$.

2.4.2. Suszenie właściwe

2.4.2.1. Rozdrabnianie próbki. Jeżeli stosowano suszenie wstępne, po jego wykonaniu wg 2.4.1 całą zawartość naczynka z próbką wsypać do młynka i rozdrobnić. Jeżeli wydzielona do analizy próbka wg 2.3.3 nie wymagała suszenia wstępnego, wsypać ją do młynka i rozdrobnić. Ziarno rozdrobnić tak, aby zmielona próbka zawierała nie mniej niż 90 % cząstek o średnicy mniejszej niż 1 mm i nie mniej niż 50 % cząstek o średnicy mniejszej niż 0,5 mm.

2.4.2.2. Przygotowanie odważki. Bezpośrednio po rozdrobieniu przygotować odważkę do suszenia właściwego. W metalowym naczynku, uprzednio wysuszonym do stałej wagi, umieścić całą masę rozdrobnionej próbki tak, aby na 1 cm^2 dna naczynka przypadało nie więcej niż 0,3 g jej masy. Naczynko nakryć nakrywką i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

2.4.2.3. Wykonanie oznaczania. Postępować wg 2.4.1 zmieniając pięciotlenek fosforu z chwilą, kiedy nie wykazuje już aktywności. W tym celu obserwować jego powierzchnię. Jeżeli tworzy się na niej pomarszczona warstwa lub powierzchnia ma wygląd zmrożonej, pięciotlenek fosforu zastąpić aktywnym. Po 80 ± 100 godz naczynko zważyć, postępując wg 2.4.1. Suszyć do stałej masy, tj. kiedy różnica między dwoma kolejnymi ważeniami przeprowadzonymi w odstępach co 48 godz będzie mniejsza niż 0,0005 g. Suszenie do stałej wagi, w temperaturze $48 \pm 2^{\circ}\text{C}$, trwa z reguły 150 ± 200 godz. Przeprowadzić przynajmniej dwa równoległe oznaczania, każde na próbce przygotowanej do analizy oddzielnie i traktowanej oddzielnie w całym cyklu postępowania analitycznego od suszenia wstępnego zaczynając.

2.5. Obliczanie wyników

2.5.1. Pierwszy sposób. Wilgotność X w próbce obliczyć w procentach masy wg wzorów:

a/ w próbce poddanej tylko suszeniu właściwemu

$$X = (m_2 - m_3) \cdot \frac{100}{m_2} \quad /1/$$

b/ w próbce poddanej suszeniu wstępnemu, a następnie suszeniu właściwemu

$$X = \left[(m_2 - m_3) \cdot \frac{m_1}{m_2} + m_0 - m_1 \right] \cdot \frac{100}{m_0} \quad /2/$$

we wzorze /2/ po uproszczeniu $X = 1,00 \cdot \left(1 - \frac{m_1 \cdot m_3}{m_0 \cdot m_2} \right) /3/$ w których:

m_0 – masa odważki ziarna całego przeznaczona do suszenia wstępnego, g,

m_1 – masa odważki po suszeniu wstępnym, g,

m_2 – masa odważki ziarna rozdrobnionego przeznaczona do suszenia właściwego, bez względu na to czy stosowano czy nie stosowano suszenie wstępne, g,

m_3 – masa odważki po zakończeniu suszenia właściwego, g.

2.5.2. Drugi sposób. Obliczanie wyników można przeprowadzić również w następujący sposób:

a/ ubytek masy badanej próbki w suszeniu wstępnym X_1 spowodowany odparowaniem części wody, obliczyć w gramach na 100 g próbki wg wzoru

$$X_1 = (m_0 - m_1) \cdot \frac{100}{m_0} \quad /4/$$

w którym:

m_0 – masa odważki ziarna całego przeznaczona do suszenia wstępnego, g,

m_1 – masa odważki po suszeniu wstępnym, g,

b/ ubytek masy próbki, rozdrobnionego ziarna, w czasie suszenia właściwego X_2 obliczyć w gramach na 100 g próbki wg wzoru

$$X_2 = (m_2 - m_3) \cdot \frac{100}{m_2} \quad /5/$$

w którym:

m_2 – masa odważki ziarna rozdrobnionego przeznaczona do suszenia właściwego, bez względu na to czy stosowano czy nie stosowano suszenie wstępne, g,

m_3 – masa odważki po zakończeniu suszenia właściwego, g,

c/ wilgotność X oznaczoną w próbce poddanej tylko suszeniu właściwemu obliczyć w procentach masy próbki wg wzoru

$$X = X_2 \quad /6/$$

d/ wilgotność X oznaczoną w próbce poddanej suszeniu wstępnemu, a następnie suszeniu właściwemu obliczyć w procentach masy próbki wg wzoru

$$X = X_1 + X_2 - \frac{X_1 \cdot X_2}{100} \quad /7/$$

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń, jeżeli spełnią warunki powtarzalności wg 2.6. Wynik podawać z dokładnością do drugiego miejsca dziesiętnego.

2.6. Powtarzalność metody. Różnica między wynikami dwóch oznaczeń przeprowadzonych równolegle lub bezpośrednio po sobie przez tę samą osobę nie może być większa niż 0,20 g wilgotności na 100 g próbki.

2.7. Protokół badań powinien podawać zastosowaną me-

todę i otrzymany wynik, jak również ujmować wszystkie szczegóły wykonania badań 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, Warszawa.

2. Normy związane

EN-76/8136-06 Kawa surowa. Pobieranie próbek

EN-77/8136-09 Kawa surowa. Oznaczanie wilgotności.
Metoda praktyczna

3. Zalecenia międzynarodowe

ISO Recommendation R 1446 - 1970 Green Coffee Beans.
Determination of moisture content /Basic Reference Method/

4. Autorzy projektu normy - mgr inż. Danuta Walczyk,

mgr inż. Stanisław Tomaszewski - Centralny Inspektorat Standaryzacji, Warszawa. Autorstwo ograniczone do przekładu ISO R 1446 - 1970 i dostosowaniu układu treści do wymaganego w normach branżowych BN.