

PRZYPRAWY KORZENNE	NORMA BRANŻOWA WYMAGANIA IMPORTOWE	BN-79 8132-19
	Oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną	
	Zamiast ¹⁾	
Grupa katalogowa XII 59		

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie zawartości wody w przyprawach korzennych metodą destylacyjną.

1.2. Zakres stosowania metody. Metoda może być stosowana do większości przypraw korzennych. Biorąc pod uwagę jednak ilość i różnorodność tych produktów, w poszczególnych przypadkach może być konieczna modyfikacja lub nawet wybór bardziej odpowiedniej metody. Modyfikacje takie lub inne metody zostaną podane w odpowiednich normach przedmiotowych dla przypraw korzennych.

1.3. Określenia. Zawartość wody jest to ilość wody oddestylowanej i zebranej zgodnie z podaną metodą, wyrażona w procentach wagowo. W niniejszej normie przyjmuje się gęstość wody jako równą dokładnie 1 g/cm^3 .

2. METODA BADANIA

2.1. Zasada metody. Oznaczanie zawartości wody przeprowadza się przez destylację za pomocą rozpuszczalnika nie mieszającego się z wodą i zebranie oddestylowanej wody w kalibrowanym odbieralniku.

2.2. Aparaty, przyrządy i materiały

a) Aparat do destylacji obejmujący następujące części składowe zmontowane razem za pomocą połączeń na szlif:

- kolba okrągłodenna o krótkiej szyjce pojemności co najmniej 500 cm^3 ,
- chłodnica zwrotna,
- nasadka destylacyjna zespolona z kalibrowanym odbieralnikiem, wmontowana między kolbę i chłodnicę.

Odpowiedni rodzaj aparatu jest opisany szczegółowo i przedstawiony na rysunku w załączniku.

b) Waga analityczna.

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-64/8132-10, BN-67/8132-11, BN-67/8132-14 - w zakresie metody oznaczania wody.

2.3. Odczynniki. Do oznaczania zawartości wody stosuje się różne rozpuszczalniki organiczne. Jeżeli nie podano inaczej w poszczególnych normach przedmiotowych, do oznaczania należy stosować toluen nasycony przez wytrząsanie z niewielką ilością wody i przedestylowany.

2.4. Pobieranie i przygotowanie próbki do analizy

2.4.1. Pobieranie próbki do analizy. Próbki przypraw korzennych należy pobierać wg BN-79/8132-19.

2.4.2. Przygotowanie próbki do analizy. Próbkę zmieloną do analizy przygotować wg BN-78/8132-18. Odważyć z dokładnością do $0,01 \text{ g}$ około 40 g , tj. taką masę zmielonego materiału, aby objętość mierzonej wody nie przekraczała $4,5 \text{ cm}^3$.

2.5. Wykonanie oznaczania

2.5.1. Przygotowanie aparatu. Cały aparat przemyć mieszaniną chromową, tak aby zmniejszyć do minimum przyleganie kropeł wody do ścianek chłodnicy i odbieralnika. Następnie przemyć aparat wodą i przed użyciem dokładnie wysuszyć.

2.5.2. Oznaczanie zawartości wody. Odważkę przenieść ilościowo za pomocą toluenu do kolby destylacyjnej, dodać ilość toluenu wystarczającą do całkowitego przykrycia próbki, tj. łącznie około 75 cm^3 i obracać kolbę ruchem kołowym w celu wymieszania zawartości. Zestawić aparat i napełnić odbieralnik rozpuszczalnikiem, wlewając go przez chłodnicę do momentu, aż zacznie przelewać się do kolby destylacyjnej. Jeżeli to konieczne, umieścić w górnym wylocie chłodnicy luźny korek z waty lub dołączyć rurkę z chlorkiem wapnia zapobiegając w ten sposób skraplaniu się wilgoci powietrza wewnątrz rurki chłodnicy. W celu umożliwienia regulacji szybkości destylacji kolbę oraz rurkę prowadzącą do odbieralnika należy owinąć tkaniną azbestową. Ogrzewanie kolby należy tak uregulować, aby szybkość destylacji wynosiła około 100 kropli spływających do odbieralnika w ciągu 1 min. Po oddestylowaniu większości wody przyspieszyć destylację do 200 kropli spływających

Zgłoszona przez Ministerstwo Handlu Zagranicznego i Gospodarki Morskiej – Centralny Inspektorat Standaryzacji
Ustanowiona przez Dyrektora Centralnego Inspektoratu Standaryzacji dnia 5 lutego 1979 r. Zarządzeniem nr 254/N/79
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1979 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 9/1979 poz. 49)

do odbieralnika w ciągu 1 min i prowadzić ją do chwili, aż nie zbiera się już więcej wody. Podczas destylacji prze-
mywać od czasu do czasu chłodnicę zwrotną porcjami po 5 cm^3 toluenu, tak aby spłukać wodę przylegającą do ścianki chłodnicy. Wodę w odbieralniku można oddzielić od toluenu przesuując w górę i w dół spiralę z drutu miedzianego, przechodzącą przez chłodnicę i odbieralnik, powodując w ten sposób opadanie kropeł wody na dno odbieralnika. Destylację prowadzić do chwili, aż poziom wody w odbieralniku nie ulega zmianie w ciągu 30 min, a następnie wyłączyć źródło ogrzewania. Chłodnicę spłukać toluenem i stosując spiralę z drutu miedzianego oddzielić wszystkie krople wody.

Odbieralnik zanurzyć w wodzie o temperaturze pokojowej na co najmniej 15 min lub do chwili wyklarowania się warstwy toluenu, a następnie odczytać objętość wody.

2.6. Obliczanie wyników. Zawartość wody (X) w próbce obliczyć w procentach wagowo według wzoru

$$X = \frac{100 \cdot v}{m}$$

w którym:

v - objętość zebranej wody, cm^3 ,

m - masa próbki użytej do oznaczania, g.

2.7. Protokół badań powinien podawać zastosowaną metodę i otrzymany wynik, jak również ujmować wszystkie szczegóły wykonania oznaczania 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

ZAŁĄCZNIK

OPIS APARATU DO OZNACZANIA WODY METODĄ DESTYLACYJNĄ

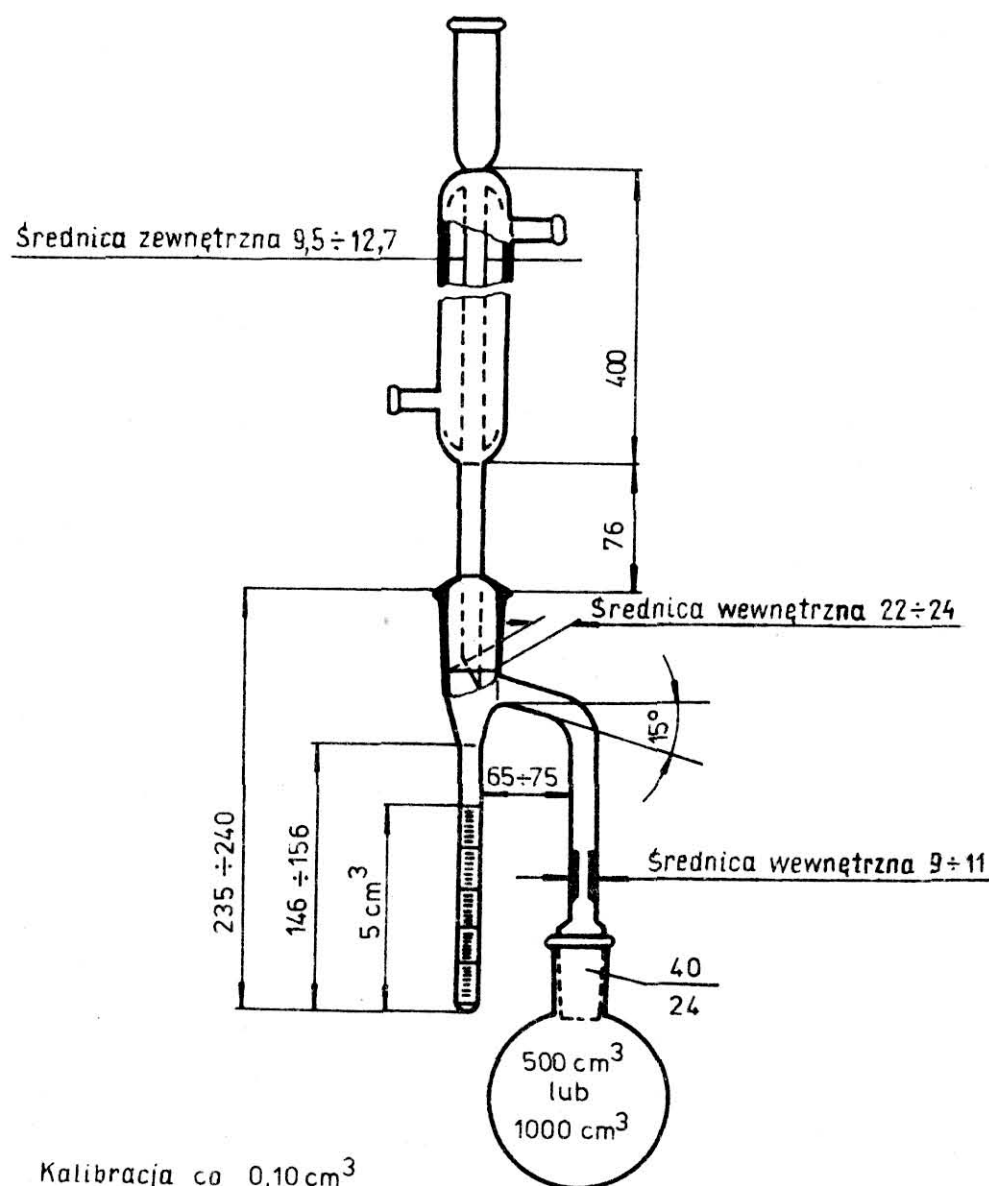
Aparat składa się z kolby szklanej ogrzewanej w sposób podany w poz. d) i połączonej z chłodnicą zwrotną poprzez nasadkę destylacyjną. Połączenia między nasadką destylacyjną a chłodnicą i kolbą powinny mieć znormalizowane szlify. Nasadka destylacyjna służy do zbierania i pomiaru w odbieralniku wody oraz do odprowadzania rozpuszczalnika z powrotem do kolby. Zestaw aparatu przedstawiony jest na rysunku, a jego części składowe opisane są poniżej.

a) Kolba pojemności 500 cm^3 o kształcie pokazanym na rysunku wykonana ze szkła o wysokiej odporności chemicznej, dobrze odprężonego i prawie całkowicie wolnego od smug i podobnych wad.

b) Chłodnica zwrotna szklana, chłodzona wodą z płaszczem wodnym o długości około 400 mm i rurką wewnętrzną o średnicy zewnętrznej od 9,5 do 12,5 mm. Końcówka chłodnicy wchodząca do nasadki destylacyjnej może być zeszlifowana pod kątem 30° w stosunku do pionowej osi chłodnicy. Końcówka chłodnicy po wprowadzeniu jej do nasadki destylacyjnej powinna znajdować się od 6 do 7 mm ponad powierzchnią cieczy w nasadce po ustaleniu się warunków destylacji.

c) Nasadka destylacyjna wykonana ze szkła o wysokiej odporności chemicznej, dobrze odprężonego i prawie całkowicie wolnego od smug i podobnych wad, zaopatrzona w połączenia na szlif o kształcie, wymiarach i tolerancjach podanych na rysunku. Nasadka, stanowiąca konstrukcyjną ca-

WYMIARY PODANO W [mm]



Kalibracja co $0,10 \text{ cm}^3$

BN-79/8132-19-Z-1

Aparat do oznaczania zawartości wilgoci metodą destylacyjną

tość, składa się z górnej komory, bocznej rurki prowadzącej do kolby i zakończonej szlifem oraz z odbieralnika. Odbieralnik jest to kalibrowana część zakończonej dnem rurki pojemności 5 cm^3 przy napełnieniu do najwyższej kreski. Skala obejmuje zakres od 0 do 5 cm^3 i jest kalibrowana w odstępach $0,1 \text{ cm}^3$. Kreski kalibracyjne odpowiadające każdemu mililitrowi są oznakowane cyframi i poprowadzone dookoła obwodu rurki. Kreski kalibracyjne w połowie między cyframi poprowadzone są na długości $3/4$ obwodu rurki, a pozostałe kreski na długości $1/2$ obwodu rurki. Błąd dla dowolnie wybranej pojemności nie powinien przekraczać $0,05 \text{ cm}^3$.

d) Zródło ogrzewania może stanowić łaźnia olejowa lub grzejnik elektryczny zaopatrzony w opornik suwakowy lub regulowany w inny sposób. Temperatura oleju w łaźni nie powinna być dużo wyższa od temperatury wrzenia toluenu.

e) Drut miedziany jednym końcem zwinięty w spiralę powinien być wystarczająco długi, tak aby przechodził przez chłodnicę i sięgał dolnej części odbieralnika. Średnica spirali powinna być dopasowana ściśle do wewnętrznej kalibrowanej części odbieralnika, tak jednak aby spirala mogła być przesuwana w górę i w dół.

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Normy związane

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

BN-78/8132-18 Przyprawy korzenne. Przygotowanie próbki zmielonej do analizy

3. Zalecenia międzynarodowe i normy zagraniczne

ISO Recommendation R 939 - 1969 Spices and Condiments.

Determination of moisture content (entrainment method)

Anglia BS 4585: 1970 Methods of Test for Spices and Con-

ditions. Part 2. Determination of moisture content

(entrainment method)

4. Autor projektu normy - inż. Pius Wajda - Centralny Inspektorat Standaryzacji, Laboratorium, Gdynia.