

UŻYWKI	NORMA BRANŻOWA WYMAGANIA IMPORTOWE	BN-78
	Herbata Oznaczanie popiołu oraz alkaliczności popiołu rozpuszczalnego w wodzie	8191-06
		Grupa katalogowa XII 56

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczenie zawartości: popiołu ogólnego, popiołu rozpuszczalnego i nierozpuszczalnego w wodzie, popiołu nierozpuszczalnego w kwasie solnym, otrzymanych z herbaty oraz alkaliczności popiołu rozpuszczalnego w wodzie.

1.2. Określenia

1.2.1. Popiół ogólny - pozostałość otrzymana po wyprężeniu próbki herbaty w temperaturze $525 \pm 25^{\circ}\text{C}$, w warunkach określonych metodą.

1.2.2. Popiół rozpuszczalny w wodzie - część popiołu ogólnego wyługowana gorącą wodą, w warunkach określonych metodą.

1.2.3. Popiół nierozpuszczalny w wodzie - część popiołu ogólnego pozostała po ługowaniu gorącą wodą, w warunkach określonych metodą.

1.2.4. Popiół nierozpuszczalny w kwasie solnym - część popiołu ogólnego lub nierozpuszczalnego w wodzie, pozostała po rozpuszczaniu w kwasie solnym, w warunkach określonych metodą.

1.2.5. Alkaliczność popiołu rozpuszczalnego w wodzie - ilość kwasu potrzebna do zobojętnienia roztworu wodnego tego popiołu w warunkach określonych metodą lub ilość zasady równoważna do ilości zużytego kwasu.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Oznaczanie popiołu ogólnego

2.1.1. Zasada oznaczania polega na rozkładzie substancji organicznej przez ogrzewanie odważki próbki w temperaturze $525 \pm 25^{\circ}\text{C}$ do stałej masy.

2.1.2. Odczynniki. Olej roślinny - (oliwa z oliwek) nie dający pozostałości po spalaniu.

2.1.3. Aparaty i przyrządy

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

b) Piec z termoregulacją w zakresie $525 \pm 25^{\circ}\text{C}$.

c) Łaźnia wodna.

d) Płytki elektryczna.

e) Eksykator z efektywnym środkiem suszącym.

f) Waga analityczna.

2.1.4. Pobieranie i przygotowanie próbki do analizy

2.1.4.1. Pobieranie próbki do analizy. Do analizy należy użyć rozdrobnioną próbkę o znanej zawartości suchej masy przygotowaną wg BN-78/8191-04.

2.1.4.2. Przygotowanie próbki do analizy. Odważyć około 5 g rozdrobnionej próbki z dokładnością do 0,001 g do tygla wyprażonego do stałej masy i zważonego. Można alternatywnie użyć odważki pozostałej po oznaczaniu zawartości suchej masy, jeżeli suszenie przeprowadzono w tygłach wg BN-78/8191-04.

2.1.5. Wykonanie oznaczania. Zawartość tygla ostrożnie ogrzewać w temperaturze około 100°C w celu odparowania wilgoci. Ochłodzić, dodać kilka kropel oleju roślinnego i powoli ogrzewać na małym płomieniu do zwęglenia próbki, a następnie prażyć w piecu w temperaturze $525 \pm 25^{\circ}\text{C}$. Tygiel wyjąć z pieca w momencie, gdy popiół będzie pozbawiony widocznych cząstek węgla (2 h bywają zwykle wystarczające). Po ochłodzeniu tygla zwilżyć popiół kilkoma kroplami wody, odparować do sucha na łaźni wodnej i po ogrzaniu na płytce ponownie prażyć przez 1 h. Po ostudzeniu w eksykatorze tygiel zważyć i powtórzyć prażenie przez 0,5 h i po ochłodzeniu powtórzyć ważenie. Operację powyższą powtarzać do chwili, aż różnica między dwoma kolejnymi ważeniami będzie nie wyższa niż 0,001 g. Popiół ogólny zachować do oznaczania jego rozpuszczalności w wodzie i kwasie solnym.

Wykonać dwa równoległe oznaczenia z tej samej rozdrobnionej próbki.

2.1.6. Obliczanie wyników. Zawartość popiołu ogólnego (Z) wyrażoną w procentach wagowo, w przeliczeniu na suchą masę, obliczyć według wzoru

Zgłoszona przez Ministerstwo Handlu Zagranicznego i Gospodarki Morskiej - Centralny Inspektorat Standaryzacji
Ustanowiona przez Dyrektora Centralnego Inspektoratu Standaryzacji dnia 6 listopada 1978 r. Zarządzeniem nr 251/N/78
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1979 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 24/1978 poz.106)

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

w którym:

m_0 - masa odważki, g,

m_1 - masa popiołu całkowitego, g,

X - procent wagowo zawartości suchej masy w próbce oznaczony wg BN-78/8191-04.

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

2.2. Oznaczanie zawartości popiołu rozpuszczalnego i nierozpuszczalnego w wodzie

2.2.1. Zasada oznaczania polega na ługowaniu popiołu ogólnego otrzymanego wg 2.1 gorącą wodą, odsączeniu nierozpuszczalnej pozostałości przez sączek bezpopiołowy, następnie spopieleniu sączka wraz z osadem i ważeniu pozostałości. Zawartość popiołu rozpuszczalnego w wodzie obliczyć z różnicy mas.

2.2.2. Aparaty i przyrządy - jak w 2.1.3.

2.2.3. Wykonanie oznaczania. Do oznaczania należy użyć popiołu ogólnego przygotowanego w tyglu, otrzymanego wg 2.1. Do tygla z odważką popiołu należy dodać 20 cm³ wody destylowanej i ogrzewać prawie do wrzenia, a następnie sączyć przez średni sączek bezpopiołowy. Przemycać tygiel i sączek wraz z osadem gorącą wodą destylowaną do uzyskania około 60 cm³ przesączu. Przenieść sączek z osadem do tego samego tygla, ostrożnie odparować na łaźni wodnej, wysuszyć i prażyć w piecu w temperaturze 525 ± 25 °C, do uzyskania popiołu wolnego od widocznych cząstek organicznych. Tygiel schłodzić w eksykatorze i zważyć. Ponownie umieścić tygiel w piecu na 0,5 h w tej samej temperaturze i po schłodzeniu zważyć. Operację powyższą powtarzać do momentu, aż różnica między dwoma kolejnymi ważeniami nie będzie wyższa niż 0,001 g. Zanotować najniższą masę.

Wykonać dwa równoległe oznaczenia z popiołu ogólnego, otrzymanego z dwóch równoległych oznaczeń. Zachować przesącz do oznaczania alkaliczności popiołu, a pozostałość po prażeniu przeznaczyć do oznaczania zawartości popiołu nierozpuszczalnego w kwasie solnym.

2.2.4. Obliczanie wyników. Zawartość popiołu nierozpuszczalnego w wodzie (X_1) obliczyć w procentach wagowo, w przeliczeniu na suchą masę, według wzoru

$$X_1 = m_2 \cdot \frac{100}{m_0} \cdot \frac{100}{X} \quad (2)$$

w którym:

m_0 - masa odważki rozdrobionej próbki wziętej do oznaczania popiołu ogólnego, g,

m_2 - masa popiołu nierozpuszczalnego w wodzie, g,

X - procent wagowo suchej masy w rozdrobionej próbce herbaty oznaczony wg BN-78/8191-04.

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

Zawartość popiołu rozpuszczalnego w wodzie (X_2) obliczyć w procentach wagowo w przeliczeniu na suchą masę według wzoru

$$X_2 = (m_1 - m_2) \cdot \frac{100}{m_0} \cdot \frac{100}{X} \quad (3)$$

w którym:

m_0, m_2, X - jak we wzorze (2),

m_1 - masa popiołu ogólnego, g.

Zawartość popiołu rozpuszczalnego w wodzie w odniesieniu do popiołu ogólnego (X_3) obliczyć w procentach wagowo według wzoru

$$X_3 = (m_1 - m_2) \cdot \frac{100}{m_1} \quad (4)$$

w którym m_1, m_2 - jak we wzorze (2).

2.3. Oznaczanie zawartości popiołu nierozpuszczalnego w kwasie solnym

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

2.3.2. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór kwasu solnego. 1 objętość kwasu solnego ($d_{20} = 1,19 \text{ g/cm}^3$) cz. d. a. zmieszana z 9 objętościami wody destylowanej.

b) Azotan srebra cz. d. a. roztwór 5-procentowy.

2.3.3. Aparatura i przyrządy - jak w p. 2.1.3.

2.3.4. Wykonanie oznaczania. Do oznaczania należy użyć popiołu ogólnego otrzymanego wg p. 2.1 lub popiołu nierozpuszczalnego w wodzie otrzymanego wg p. 2.2. Do tygla dodać 25 cm³ roztworu kwasu solnego (2.3.2a), nakryć tygiel szkiełkiem zegarkowym w celu uniknięcia rozprysku cieczy i gotować przez 10 min. Pozostawić tygiel do schłodzenia i przesączyć jego zawartość przez średni sączek bezpopiołowy. Następnie przemycać tygiel i sączek gorącą wodą destylowaną, do zaniku reakcji na jon chlorkowy - próba z azotanem srebra. Sączek wraz z pozostałością przenieść do tego samego tygla, ostrożnie odparować wodę na łaźni wodnej, wysuszyć i prażyć w piecu w temperaturze 525 ± 25 °C, do momentu uwolnienia popiołu od widocznych cząstek węgla. Tygiel po schłodzeniu w eksykatorze zważyć i powtórzyć prażenie przez 0,5 h w tej

samej temperaturze. Ponownie zważyć po schłodzeniu w eksykatorze. Operację 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. Zawartość popiołu nierozpuszczalnego w kwasie (T), wyrażoną w procentach wagowo w przeliczeniu na suchą masę, obliczyć według wzoru

$$T = m_3 \cdot \frac{100}{m_0} \cdot \frac{100}{X} \quad (5)$$

w którym:

m_0 – masa odważki użyta do oznaczania popiołu ogólnego, g, wg 2.1.4.2,

m_3 – masa popiołu nierozpuszczalnego w kwasie, g,

X – procent wagowo zawartości suchej masy w rozdrobnionej próbce herbaty oznaczony wg BN-78/8191-04.

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

2.4. Oznaczanie alkaliczności popiołu rozpuszczalnego w wodzie

2.4.1. Zasada oznaczania polega na miareczkowaniu przesącza pozostałego po oznaczaniu popiołu rozpuszczalnego w wodzie mianowanym roztworem kwasu solnego wobec oranżu metylowego jako wskaźnika.

2.4.2. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz., roztwór mianowany 0,1N.
- Oranż metylowy, roztwór 0,5 g/1 dm³.

2.4.3. Pobieranie próbki do analizy. Do analizy użyć przesącz otrzymany wg 2.2.3.

2.4.4. Wykonanie oznaczania. Otrzymany przesącz wg 2.2.3 schłodzić i miareczkować roztworem kwasu solnego przy użyciu oranżu metylowego jako wskaźnika. Wykonać dwa równoległe oznaczenia z przesącza otrzymanego z dwóch równoległych odważek użytych do oznaczania popiołu rozpuszczalnego i nierozpuszczalnego w wodzie.

2.4.5. Obliczanie wyników. Alkaliczność popiołu rozpuszczalnego w wodzie (Y_1), wyrażoną w milirównoważnikach na 100 g próbki w przeliczeniu na suchą masę, obliczyć według wzoru

$$Y_1 = \frac{V}{10} \cdot \frac{100}{m_0} \cdot \frac{100}{X} \quad (6)$$

w którym:

V – objętość roztworu 0,1N kwasu solnego użyta do miareczkowania, cm³,

m_0 – masa odważki próbki użyta do oznaczania popiołu ogólnego wg 2.1.4.2, g,

X – procent wagowo zawartości suchej masy w rozdrobnionej próbce herbaty oznaczony wg BN-78/8191-04.

W przypadku miana roztworu kwasu solnego różnego od 2.4.2a), uwzględnić w obliczeniach oznaczony faktor.

Alkaliczność popiołu rozpuszczalnego w wodzie (Y_2) wyrażoną w procentach wagowo wodorotlenku potasowego, w przeliczeniu na suchą masę, obliczyć według wzoru

$$Y_2 = \frac{56V}{10000} \cdot \frac{100}{m_0} \cdot \frac{100}{X} \quad (7)$$

w którym: V , m_0 , X – jak we wzorze (6).

Wykonać dwa równoległe oznaczenia z przesącza otrzymanych z dwóch równoległych odważek użytych do oznaczania popiołu ogólnego.

2.5. Protokół badań powinien podawać zastosowaną metodę i otrzymany wynik, jak również ujmować 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 DODATKOWE1. Instytucja opracowująca normę - Ministerstwo

Handlu Zagranicznego i Gospodarki Morskiej - Centralny Inspektorat Standaryzacji, Warszawa.

2. Normy związane

BN-78/8191-01 Herbata. Pobieranie próbek herbaty w opakowaniach detalicznych

BN-78/8191-02 Herbata. Pobieranie próbek herbaty pakowanej luzem z pojemników o masie większej niż 20 kg netto

BN-78/8191-04 Herbata. Przygotowanie rozdrobnionej próbki herbaty o znanej zawartości suchej masy

3. Dokumenty międzynarodowe

ISO 1572-75 International Standard, Tea - Preparation of ground sample of known dry matter content

1575-75 International Standard, Tea - Determination of total ash

1576-75 International Standard, Tea - Determination of watersoluble ash and water insoluble ash

1577-70 Recommendation, Tea - Determination of acid - insoluble ash

1578-75 International Standard, Tea - Determination of alkalinity of water - soluble ash

4. Autor projektu normy - mgr Anna Prüss - Centralny Inspektorat Standaryzacji, Warszawa.