

PRZETWORY ZIEMNIACZANE I SKROBIOWE	N O R M A   B R A N Ż O W A	BN-90
	Skrobie modyfikowane dla włókiennictwa	8080-03
	Metody badań	
		Grupa katalogowa 1249

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy są metody badań skrobi modyfikowanych przeznaczonych dla przemysłu włókienniczego.

**1.2. Zakres stosowania normy.** Normę należy stosować do kontroli jakości skrobi modyfikowanych przeznaczonych dla przemysłu włókienniczego.

### 1.3. Rodzaje badań

- a) określenie postaci,
- b) określanie barwy,
- c) określanie zanieczyszczeń makroskopowych,
- d) oznaczanie zanieczyszczeń mechanicznych,
- e) oznaczanie wilgotności,
- f) oznaczanie zawartości popiołu,
- g) oznaczanie lepkości,
- h) oznaczanie wartości pH.

## 2. METODY BADAŃ

**2.1. Określenie postaci.** Badania wykonać bezpośrednio po otwarciu opakowania, określając organoleptycznie postać badanej próbki, np.: sypki proszek, drobne płatki.

**2.2. Określanie barwy.** Umieścić na gładkiej powierzchni białego papieru około 100 g badanego produktu i określić organoleptycznie barwę, stosując następujące określenie: biała, jasnokremowa, kremowa.

### 2.3. Określanie zanieczyszczeń makroskopowych

#### 2.3.1. Przyrządy

a) Płytkę szklaną o wymiarach około 150×100×3 mm wykonaną z bezbarwnego szkła z zaznaczonym kwadratem o bokach 50×50 mm, podzielonym na krzyż na 4 równe kwadraty.

b) Biała płyta laminowana o wymiarach około 300×200×20 mm.

c) Listewka metalowa o wymiarach około 250×20×1 mm.

**2.3.2. Wykonanie oznaczania.** Na płycie umieścić około 100 g badanego produktu, rozgarnąć listewką metalową na warstwę grubości około 2 cm i nałożyć płytkę szklaną, zwróconą nacechowaną stroną ku produktowi.

Po lekkim naciśnięciu płytki szklanej i wyrównaniu powierzchni badanego produktu, liczyć wyraźnie widoczne zanieczyszczenie makroskopowe, znajdujące się w obrębie nacechowanego pola. Liczenie przeprowadzić kolejno w poszczególnych kwadratach. Czynność liczenia wykonać czterokrotnie. Po zakończeniu każdego liczenia należy zdjąć płytkę szklaną i badany produkt starannie wymieszać listewką metalową.

W przypadku występowania trudności w prawidłowym liczeniu zanieczyszczeń, dopuszcza się stosowanie lupy optycznej o 1,5-krotnym powiększeniu.

Oznaczanie należy wykonać w świetle rozproszonym o natężeniu 2500 ÷ 3000 Lx.

**2.3.3. Wynik końcowy oznaczania.** Za wynik przyjąć sumę liczb uzyskanych w 4 kolejnych liczeniach w obrębie pola wielkości 50×50. Wynik wyraża liczbę zanieczyszczeń makroskopowych przypadających na powierzchnię 1 dm<sup>2</sup> badanego produktu.

### 2.4. Oznaczanie zanieczyszczeń mechanicznych

#### 2.4.1. Przyrządy

a) Sito tkane wg PN-76/M-94000, o średnicy 200 mm i boku oczka kwadratowego dla preparatów w postaci mączki — 1,0 mm, dla preparatów w postaci płatków 3,2 mm.

b) Waga techniczna.

**2.4.2. Wykonanie oznaczania.** Odważyć na wadze technicznej 1000 g badanego produktu z dokładnością do 0,1 g i przesiewać ręcznie przez sito około 3 min. Po zakończeniu przesiewania zważyć z dokładnością do 0,1 g pozostałość z sita.

**2.4.3. Obliczanie wyniku oznaczania.** Zawartość zanieczyszczeń w badanym produkcie obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{b}{a} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

*a* — odważka badanego produktu, g,

*b* — masa pozostałości na sicie, g.

### 2.5. Oznaczanie wilgotności

#### 2.5.1. Metoda odwoławcza

Zgłoszona przez Centralne Laboratorium Przemysłu Ziemniaczanego  
Ustanowiona przez Dyrektora Centralnego Laboratorium Przemysłu Ziemniaczanego dnia 27 lutego 1990 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1991 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 6/1990, poz. 11)

### 2.5.1.1. Przyrządy

- Waga analityczna.
- Naczynka wagowe o średnicy nie mniejszej niż 50 mm, wysokości około 45 mm z doszlifowanymi przykrywkami.
- Suszarka elektryczna z termoregulacją.
- Eksykator napełniony żelem krzemionkowym lub chlorkiem wapniowym.

**2.5.1.2. Wykonanie oznaczania.** W wysuszonych do stałej masy i zważonych z dokładnością do 0,001 g naczynkach wagowych odważyć około 5 g badanego produktu z dokładnością do 0,001 g. Naczynka z odważką umieścić w suszarce ogrzewanej do temperatury 130°C tak, aby znajdowały się w odległości co najmniej 60 mm od ścian suszarki. Zdjąć przykrywkę i umieścić je obok naczynka.

Próbki suszyć 1,5 h w temperaturze 130°C ± 3°C, licząc od chwili osiągnięcia przez termometr 130°C, co nie powinno przekraczać 15 min. Następnie przykryć naczynka przykrywkami, przenieść je do eksykatora i zważyć z dokładnością do 0,001 g nie krócej niż 30 min i nie dłużej niż 2 h.

**2.5.1.3. Obliczanie wyniku oznaczania.** Wilgotność ( $X_2$ ) badanego produktu obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

- $m_0$  — masa naczynka pustego, g,
- $m_1$  — masa naczynka z produktem przed wysuszeniem, g,
- $m_2$  — masa naczynka z produktem po wysuszeniu, g.

**2.5.1.4. Wynik końcowy oznaczania.** Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,2%. Wynik podawać z dokładnością do 0,1%.

**2.5.2. Oznaczanie wilgotności za pomocą wagosuszarki — metodą techniczną**

#### 2.5.2.1. Aparatura i sprzęt

- Aparat FAB 1/2 do oznaczania wilgotności firmy Mytron (Niemcy).
- Waga analityczna.

c) 10 naczynek aluminiowych o masie 9 g oraz średnicy 80 mm i wysokości 15 mm oznaczonych numerami od 0 do 9.

**2.5.2.2. Wykonanie oznaczania.** Uruchomić aparat zgodnie z instrukcją załączoną do aparatu. Nastawić termometr kontaktowy na temperaturę 130°C, a regulator przepływu na 6. Nacisnąć przycisk: „Ruch ciągły” i ogrzewać do temperatury 130°C ± 3°C.

W naczynkach aluminiowych odważyć po 10 g badanego produktu z dokładnością do 0,001 g. Wstawić naczynka do aparatu zgodnie z podaną numeracją, sprawdzając czy naczynka są równe ułożone na bolcach.

Nacisnąć przycisk: „Ruch ciągły”. Próbki suszyć przez 30 min w temperaturze 130°C ± 3°C. Następnie

włączyć wagę i ze skali aparatu szybko odczytać kolejno dla badanych próbek procentową zawartość wody.

### 2.6. Oznaczanie zawartości popiołu

#### 2.6.1. Aparatura i sprzęt

- Piec do spalań z termoregulacją.
- Tygle porcelanowe o średnicy górnej około 40 mm i wysokości 35 mm, które należy przed użyciem wygotować w 10%(V/V) kwasie solnym, wypłukać wodą destylowaną i wyprażyć w temperaturze 700°C do stałej masy.

c) Waga analityczna.

d) Eksykator napełniony żelem krzemionkowym lub chlorkiem wapniowym.

**2.6.2. Wykonanie oznaczania.** W prażonym do stałej masy tyglu odważyć około 3 g badanego produktu z dokładnością do 0,0002 g, wstępnie zwęglić nad płomieniem palnika i następnie spopielić w piecu do spalań w temperaturze 700°C ± 25°C do stałej masy. Spopielenie zakończyć, gdy popiół nie zawiera cząstek węgla, co zwykle trwa około 3 h.

Po wyprażeniu należy wstawić tygiel z dokładnością do 0,0002 g.

**2.6.3. Obliczanie wyniku oznaczania.** Zawartość popiołu w suchej substancji produktu obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{(m_2 - m_0) \cdot 10000}{(m_1 - m_0) \cdot (100 - W)} \quad (3)$$

w którym:

- $m_2$  — masa tygla z produktem po prażeniu, g,
- $m_0$  — masa tygla pustego, g,
- $m_1$  — masa tygla z produktem przed prażeniem, g,
- $W$  — wilgotność produktu, %.

**2.6.4. Wynik końcowy oznaczania.** Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż 0,1%. Wynik podawać z dokładnością do 0,1%.

### 2.7. Oznaczanie lepkości

#### 2.7.1. Aparatura i sprzęt

a) Aparat do rozklejania skrobi modyfikowanej wykonany ze stali kwasoodpornej wg rysunku, połączony z termostatem na 100°C oraz mieszadłem laboratoryjnym o regulowanej prędkości obrotów.

b) Eksykator napełniony żelem krzemionkowym lub chlorkiem wapniowym.

c) Lepkościomierz Höpplera z termostatem nastawionym do pracy w temperaturze 80°C ± 0,2°C.

d) Sekundomierz.

e) Suszarka elektryczna z termoregulacją.

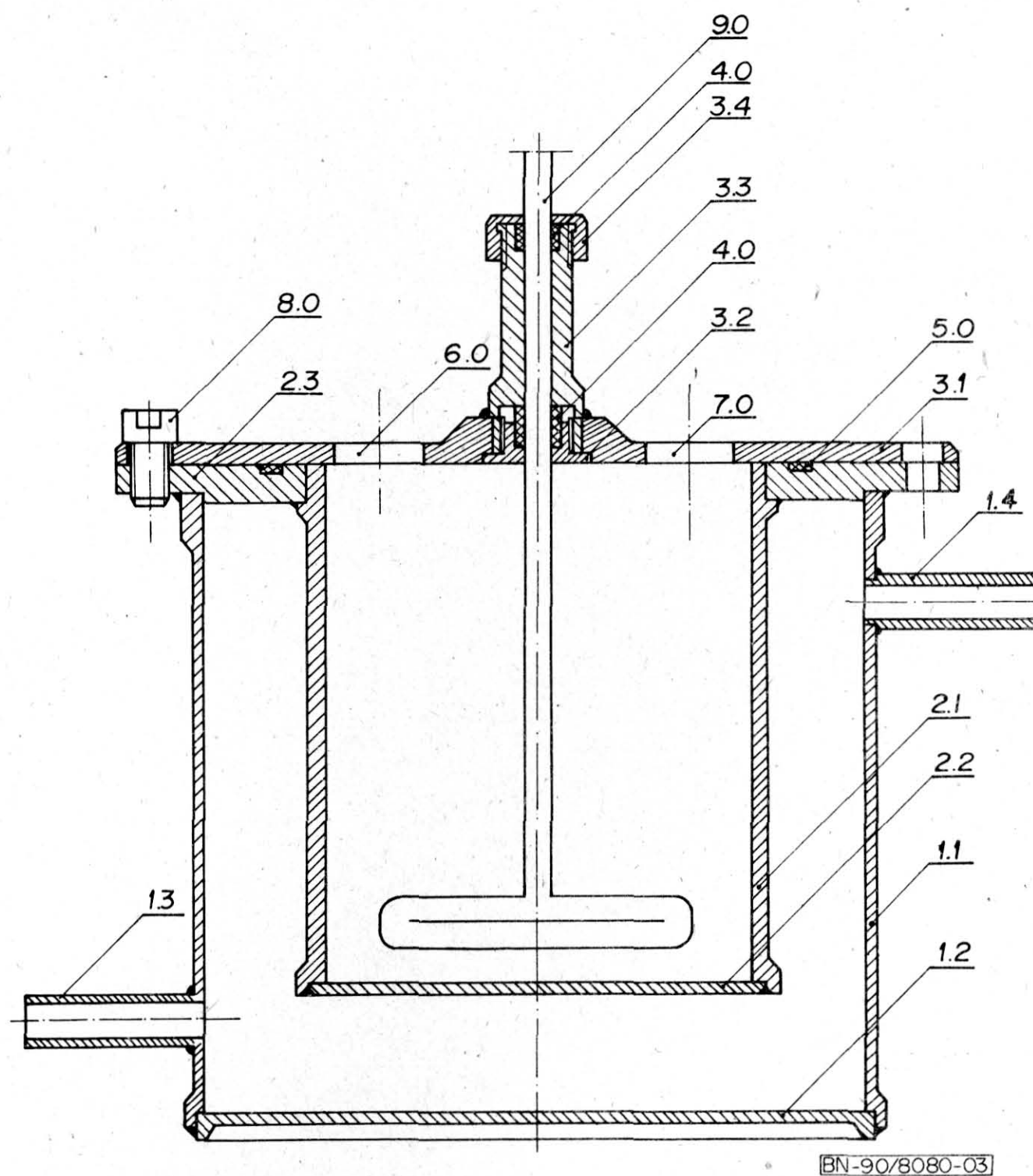
f) Waga techniczna.

**2.7.2. Przygotowanie roztworu do oznaczania.** Odważkę badanego produktu obliczoną wg wzoru

$$N = \frac{a \cdot 50}{100 \cdot X_2} \quad (4)$$

w którym:

- $N$  — odważka produktu, g,
- $a$  — stężenie badanego roztworu wg norm przedmiotowych dla danego rodzaju produktu, %,
- $X_2$  — wilgotność produktu, %, odważyć z dokładnością do 0,01 g.



1.1 — płaszcz zewnętrzny  $\varnothing$  159, długości 150 mm, 1.2 — denko płaszcz zewnętrzny  $\varnothing$  159, 1.3 — tulejka wlotowa  $\varnothing$  12, długości 50 mm, 1.4 — tulejka wylotowa  $\varnothing$  12, długości 50 mm, 2.1 — płaszcz wewnętrzny  $\varnothing$  108, długości 120 mm, 2.2 — denko płaszcz wewnętrzny  $\varnothing$  108, 2.3 — kołnierz  $\varnothing$  190, 3.1 — przykrywka  $\varnothing$  190, 3.2 — śruba uszczelniająca  $\varnothing$  24, 3.3 — tuleja prowadząca  $\varnothing$  zewnętrznej 20,  $\varnothing$  wewnętrznej 6,5, 3.4 — nakrętka  $\varnothing$  22, M16, 4.0 — tuleja uszczelniająca  $\varnothing$  10,  $\varnothing$  wewnętrzna 6, 5.0 — uszczelka, 6.0 — otwór dla termometru z korkiem uszczelniającym  $\varnothing$  20, 7.0 — otwór wlewowy  $\varnothing$  20, 8.0 — śruba skręcająca M8, 9.0 — mieszadło szerokości 70 mm

Następnie w wytarowanej zlewce pojemności 400 ml odważyć z dokładnością do 1 g taką ilość wody destylowanej, aby ilość przygotowanego roztworu wynosiła 300 g i uwzględniła poprawkę na odparowanie wody.

Ilość wody obliczyć wg wzoru

$$W = 300 - N + P \quad (5)$$

w którym:

$N$  — odważka produktu, g,

$P$  — poprawka na odparowanie wody wyznaczona empirycznie dla danego aparatu, która zwykle wynosi 10 g.

Przygotowanie odważki wody i badanego produktu przenieść ilościowo do aparatu, włączyć mieszadło elektryczne nastawione na obroty podane w normie przedmiotowej dla danego rodzaju produktu i podgrzewać do temperatury  $95^{\circ}\text{C}$ . Roztwór powinien osiągnąć temperaturę  $95^{\circ}\text{C}$  w czasie nie dłuższym niż 20 min.

Temperaturę od  $95^{\circ}\text{C}$  do  $98^{\circ}\text{C}$  utrzymywać w zależności od badanego produktu w czasie podanym

w normach przedmiotowych. Otrzymany roztwór schłodzić do temperatury  $80^{\circ}\text{C}$ .

### 2.7.3. Wyznaczanie poprawki na odparowanie wody.

W wysuszonych i wytarowanych do stałej masy naczynkach wagowych odważyć 5 g roztworu przygotowanego wg 2.7.2. Naczynka z odważką suszyć w suszarce laboratoryjnej przez 1 h w temperaturze  $50^{\circ}\text{C}$ , a następnie w temperaturze  $130^{\circ}\text{C}$  wg 2.5.1.

Poprawkę na odparowanie wody obliczyć wg wzoru

$$P = W - \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \cdot 300 \quad (6)$$

w którym:

$m_0$  — masa naczynka pustego, g,

$m_1$  — masa naczynka z roztworem przed suszeniem, g,

$m_2$  — masa naczynka z roztworem po wysuszeniu, g,

$W$  — ilość wody użyta do przygotowania roztworu wg 2.7.2, g.

2.7.4. Wykonanie oznaczenia. Przygotowanym wg 2.7.2 roztworem napełnić rurkę lepkościomierza

Höpplera połączonego z termostatem nastawionym na temperaturę  $80^{\circ}\text{C} \pm 0,2^{\circ}\text{C}$ . Oznaczanie lepkości wykonać zgodnie z PN-78/C-04019, używając do oznaczania tak dobraną kulkę, aby czas jej opadania mieścił się w granicach  $30 \div 300$  s. Po 10 min termostatowania wykonać pomiary czasu spalania kulki. Do obliczeń przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej trzech pomiarów czasu opadania kulki nie różniących się więcej niż o 3 s.

**2.7.5. Obliczanie wyniku oznaczania.** Lepkość roztworu skrobi modyfikowanej  $X_4$  obliczyć w milipaskalosekundach ( $\text{mPa} \cdot \text{s}$ ) wg wzoru

$$X_4 = t (C_k - C_r) \cdot K \quad (6)$$

w którym:

- $t$  — czas opadania kulki, s,
- $C_k$  — gęstość użytej kulki, g/ml,
- $C_r$  — gęstość badanego roztworu w temperaturze pomiaru, g/ml,
- $K$  — stałe zastosowanej kulki,  $\text{mPa} \cdot \text{s}$  ml/g  $\cdot$  s,

$(C_k - C_r) \cdot K$  — współczynnik dla zastosowanej kulki; odczytany z tablicy dla lepkościomierza Höpplera, zależny od gęstości badanego roztworu.

**2.7.6. Wynik końcowy oznaczania.** Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 1  $\text{mPa} \cdot \text{s}$  przy lepkości  $8 \div 50$   $\text{Pa} \cdot \text{s}$  i o 5  $\text{MPa} \cdot \text{s}$  przy lepkości większej niż 50  $\text{mPa} \cdot \text{s}$ .

## 2.8. Oznaczanie wartości pH

**2.8.1. Aparatura.** Pehametr laboratoryjny z elektrodą szklaną i kalomelową lub kombinowaną.

**2.8.2. Wykonanie oznaczania.** Roztwór przygotowany wg 2.7.2 schłodzić do temperatury  $20^{\circ}\text{C}$  i oznaczyć pH odczytując wartość ze skali pehametru nie później niż po 1 h.

**2.8.3. Wynik końcowy oznaczania.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,1. Wynik podawać z dokładnością do 0,1.

K O N I E C

## INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Centralne Laboratorium Przemysłu Ziemniaczanego, Poznań.

### 2. Normy związane

PN-78/C-04019 Oznaczanie lepkości dynamicznej lepkościomierzem Höpplera

PN-76/M-94000 Sita i siatki. Sita tkane ogólnego przeznaczenia o oczkach kwadratowych

3. Autorzy projektu normy — mgr inż. Halina Remlein — Centralne Laboratorium Przemysłu Ziemniaczanego, Poznań, mgr inż. Anna Nurska — Wielkopolskie Przedsiębiorstwo Przemysłu Ziemniaczanego, Luboń, mgr inż. Adam Wołkowicz — Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa.

4. Szczegółowe konstrukcyjne rysunki elementów aparatu do rozklejania skrobi modyfikowanych znajdują się w dyspozycji Centralnego Laboratorium Przemysłu Ziemniaczanego.