UKD 665.327.001.4

MINISTERSTWO HANDLU ZAGRANICZNEGO I GOSPODARKI MORSKIEJ CENTRALNY INSPEKTORAT STANDARYZACJI	NORMA BRANŻOWA WYMAGANIA IMPORTOWE	BN-75 8050-16
	Oliwa z oliwek **Oznaczanie ekstynkcji właściwej w świetle nadfioletowym**	Grupa katalogowa XII 69

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie ekstynkcji właściwej w świetle nadfioletowym w oliwie z oliwek.

1.2. Zakres stosowania metody. Metoda badania może być stosowana do wszystkich rodzajów oliwy z oliwek. Pozwala ona na określenie stopnia utlenienia oliwy z oliwek. Jest to pomiar określający stopień starzenia się oliwy. W niektórych szczególnych przypadkach oliwy z oliwek o bardzo daleko posuniętym stopniu starzenia się mogą wykazać cechy charakterystyczne ekstynkcji, zbliżone do olejów rafinowanych. Dlatego nie jest to metoda specyficzna dla pomiaru stopnia rafinacji.

1.3. Określenia. Ekstynkcja właściwa w świetle nadfioletowym jest wynikiem oznaczenia absorbancji oliwy z oliwek w podanych warunkach. W opisanej metodzie pomiary prowadzone są przy długościach fal 232 i 270 nm.

2. METODA BADANIA

2.1. Zasada metody polega na spektrofotometrycznym pomiarze absorbancji przy długościach fal 232 i 270 nm. Oliwa nierafinowana dobrej jakości i należycie składowana zawiera bardzo mało produktów utlenienia o charakterze głównie nadtlenków, które wykazują maksimum absorpcji przy około 232 nm. Wartość $E_{1\,cm}^{1\%}$ przy 232 i 270 nm jest w takich oliwach znacznie poniżej maksimum określonego w normie.

Zgłoszona przez Ministerstwo Handlu Zagranicznego i Gospodarki Morskiej
Centralny Inspektorat Standaryzacji
Ustanowiona przez Dyrektora Centralnego Inspektoratu Standaryzacji dnia 20 października 1975 r. zarządzeniem 220/N/75 jako norma obowiązująca w zakresie importu i obrotu od dnia 1 lipca 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 1/1976 poz. 2)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE 1976. Wpływ do WN 28. 10. 75. Oddano do składu 20. 1. 76. Druk ukończono w maju 1976. Obj. 0,40 a. w. Nakład 2700+42 egz.
Cena zł 1,20
Bielskie Zakłady Graficzne, zam. 359/76

Jeżeli oliwa była poddana działaniu czynnika odbarwiającego (absorbentu z ziemi okrzemkowej) podczas procesu rafinacji, tworzyły się związki o trzech sprzężonych podwójnych wiązaniach.

Związki te wykazują najwyższą absorpcję w przybliżeniu przy 270 nm; oznacza to, że oliwy rafinowane mają wyższe wartości $E^{1\%}_{1\,cm}$ przy 270 nm.

2.2. Aparatura, przyrządy, materiały. Normalne wyposażenie laboratoryjne nie wymienione oddzielnie oraz:

a) Spektrofotometr z zakresem nadfioletowym do pomiarów między 210 i 300 nm.

b) Kuweta kwarcowa o grubości warstwy 1 cm.

c) Kolby pomiarowe pojemności 50 cm^3 i 500 cm^3.

d) Kolumna chromatograficzna długości 450 mm i średnicy 35 mm.

2.3. Sprawdzanie prawidłowości działania spektrofotometru. Rozpuścić 0,2 g suchego chromianu potasowego dokładnie w 1 dm^3 0,05 N roztworu wodorotlenku potasowego. Przelać dokładnie odmierzone 25 cm^3 tego roztworu do kolby pomiarowej na 500 cm^3 i dopełnić do kreski 0,05 N roztworem wodorotlenku potasowego. Oznaczyć absorbancję wodorotlenku sodowego roztworu przez porównanie z 0,05 N roztworem wodorotlenku potasowego jako roztworem odniesienia w naczynku o grubości warstw 1 cm. Absorbancja przy 275 nm powinna wynosić 0,200 ±0,005.

Większe odchylenia świadczą o nieprawidłowym działaniu spektrofotometru.

2.4. Odczynniki i roztwory

a) Czysty spektrofotometrycznie cykloheksan — najniższa przepuszczalność przy 220 nm=90%, a najniższa przepuszczalność przy 250 nm=95% w porównaniu z wodą destylowaną.

b) Tlenek glinowy o określonym stopniu czystości.

Tlenek glinowy I stopnia aktywności wg Brockmanna (0% H_2O) otrzymuje się przez prażenie przez 3 godz zasadowego tlenku glinowego (jakość dla chromatografii) o wielkości cząsteczek 30 do 130 mikronów (średnio 80 mikronów) w temperaturze 380÷400°C przez okres 3 godz. Do 100 g tego produktu dodać 5 cm^3 wody destylowanej w celu otrzymania tlenku glinowego IV stopnia aktywności wg Brockmanna.

2.5. Pobieranie próbek i przygotowanie próbki do analizy

2.5.1. Pobieranie próbek — wg PN-60/A-86910.

2.5.2. Przygotowanie próbki do analizy — wg PN-60/A-86911. Jeżeli oliwa w temperaturze pokojowej nie jest całkowicie klarowna, wówczas przed rozpoczęciem badania należy ją przesączyć.

2.6. Wykonanie oznaczania

2.6.1. Procedura normalna. Odważyć z dokkładnością do 0,001 g 0,5 g oliwy w kolbie pomiarowej na 50 cm^3, dopełnić do kreski cykloheksanem i wstrząsnąć. Napełnić roztworem kuwety spektrofotometru i zmierzyć absorbancję stosując jako roztwór odniesienia cykloheksan. Oznaczanie wykonać przy 232 i 270 nm. W zakresie 270 nm określić długość fali, przy której występuje najwyższa absorpcja λ_m, i oznaczyć absorbancję przy λ_m nm, λ_{m-4} nm i λ_{m+4} nm.

2.6.2. Procedura dla oznaczania ekstynkcji właściwej po przejściu produktu przez tlenek glinowy. Umieścić 30 g tlenku glinowego przygotowanego wg p. 2.4 b) w kolumnie chromatograficznej długości około 450 mm i średnicy 35 mm zakończonej przewężeniem o średnicy około 10 mm. Tlenek glinowy ubijać mechanicznie, uderzając trzymaną pionowo kolumną o drewnianą powierzchnię. Wlać następnie do kolumny 100 cm³ roztworu przygotowanego, jak wyżej, o zawartości 10% oliwy w heksanie. Zebrać przesącz i odparować rozpuszczalnik pod próżnią w temperaturze poniżej 25°C. Oznaczyć w oliwie otrzymanej w ten sposób bezzwłocznie ekstynkcję właściwą przy 270 nm, postępujące wg p. 2.6.1.

2.7. Obliczanie wyników oznaczania

2.7.1. Obliczanie ekstynkcji właściwej ($E^{1\%}_{1\,cm}$) przy 232 i 270 nm obliczyć wg wzoru

$$E^{1\%}_{1\,cm}\,\lambda = \frac{A\lambda}{c \cdot l}$$

w którym:

$E^{1\%}_{1\,cm}\,\lambda$ — ekstynkcja właściwa przy długości fali λ nm,

$A\lambda$ — absorbancja przy długości fali λ nm,

c — stężenie roztworu badanego w g/100 cm³,

l — grubość warstwy cieczy w naczynku w cm.

Jeżeli odczytana absorbancja wynosi mniej niż 0,2, powtórzyć pomiar, stosując bardziej stężony roztwór. Jeżeli wartość jest większa od 0,8, powtórzyć pomiar stosując roztwór bardziej rozcieńczony.

2.7.2. Obliczanie zmian ekstynkcji właściwej ($E^{1\%}_{1\,cm}$) **przy długości fali odpowiadającej najwyższej absorpcji w pobliżu 270 nm** — wg wzoru

$$\Delta E^{1\%}_{1\,cm} = E\lambda_m - \frac{(E\lambda_{m-4}) + (E\lambda_{m+4})}{2}$$

w którym:

$\Delta E^{1\%}_{1\,cm}$ — zmiany ekstynkcji właściwej przy długości fali λ_m,

$E\lambda_m$ — ekstynkcja właściwa przy długości fali odpowiadającej najwyższej absorpcji w pobliżu 270 nm,

$E\lambda_{m-4}$ i $E\lambda_{m+4}$ — ekstynkcje właściwe przy długościach fal λ_m plus lub minus 4 nm.

2.8. Protokół badania. Protokół badania 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 badania powinien obejmować wszystkie dane konieczne do pełnej identyfikacji partii.

KONIEC

Informacje dodatkowe

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Normy związane

PN-69/A-86910 Tłuszcze roślinne jadalne. Pobieranie próbek

PN-60/A-86911 Tłuszcze roślinne jadalne. Metody badań. Przygotowanie próbki do analizy

3. Zalecenia międzynarodowe

Codex Alimentarius Commission. Recommended Method; CAC/RM — 26/1970 Determination of Specific Extinction in Ultra Violet ($E_{1\,cm}^{1\%}$).

4. Autor projektu normy — mgr inż. Andrzej Żaboklicki — Centralny Inspektorat Standaryzacji, Laboratorium w Gdyni.