UKD 665.327.3:543.855

MINISTERSTWO HANDLU ZAGRANICZNEGO I GOSPODARKI MORSKIEJ CENTRALNY INSPEKTORAT STANDARYZACJI	NORMA BRANŻOWA WYMAGANIA IMPORTOWE	BN-75 8050-17
	Oliwa z oliwek Oznaczanie substancji niezmydlających się	
		Grupa katalogowa XII 69

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie substancji niezmydlających się w oliwie z oliwek.

1.2. Zakres stosowania metody. Metoda może być stosowana dla wszystkich rodzajów oliwy z oliwek.

1.3. Określenia. Substancje niezmydlające się są to takie substancje, które rozpuszczają się w oliwie, jednakże po zmydleniu są nierozpuszczalne w wodzie, natomiast rozpuszczają się w rozpuszczalniku używanym do oznaczania. Obejmują one naturalne składniki oliwy (sterole, alkohole, węglowodany), jak również substancje organiczne, które nie są lotne w temperaturze 100°C i są substancjami obcymi w stosunku do oliwy, mogą jednak w niej występować.

2. METODA BADANIA

2.1. Zasada metody. Zmydlenie próbki badanej za pomocą ługu potasowego. Ekstrakcja za pomocą eteru naftowego. Odparowanie rozpuszczalnika i wysuszenie pozostałości. Określenie wagowe ilości substancji niezmydlających się.

Zgłoszona przez Ministerstwo Handlu Zagranicznego i Gospodarki Morskiej
Centralny Inspektorat Standaryzacji
Ustanowiona przez Dyrektora Centralnego Inspektoratu Standaryzacji
dnia 20 października 1975 r. zarządzeniem nr 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 14.1.76. Cena zł 1,20
Druk ukończono w marcu 76. Obj. 0,25 ark. wyd. Nakład 3100+54 egz. Zam. 112/76

2.2. Aparaty, przyrządy, materiały. Normalne wyposażenie laboratoryjne nie wymienione oddzielnie oraz następujące pozycje:

a) Kolba okrągła o pojemności około 150 cm^3, którą połączyć można z chłodnicą zwrotną.

b) Chłodnica zwrotna.

c) Rozdzielacz o pojemności około 500 cm^3.

d) Suszarka z regulacją temperatury 103°C ±2°C.

2.3. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór około 2 N ługu potasowego w 95-procentowym objętościowo etanolu. Odczynnik nie powinien mieć barwy ciemniejszej od słomkowej.

b) Eter naftowy cz.d.a., destylujący pomiędzy 40 i 60°C.

2.4. Pobieranie próbek i przygotowanie próbki do analizy

2.4.1. Pobieranie próbek - wg PN-60/A-86910.

2.4.2. Przygotowanie próbki do analizy - wg PN-60/A-86911.

2.5. Wykonanie oznaczania. Z próbki dokładnie wymieszanej należy odważyć 5 g z dokładnością do 0,01 g w kolbie (p.2.2 a). Do próbki dodać 50 cm^3 2 N roztworu KOH w etanolu. Połączyć kolbę z chłodnicą zwrotną. Ogrzewać przez 1 godz przy lekkim wrzeniu. Przerwać ogrzewanie. Dodać przez chłodnicę zwrotną około 50 cm^3 wody destylowanej i wstrząsnąć. Przelać po ochłodzeniu do rozdzielacza i przepłukać kolbę kilkakrotnie eterem naftowym w łącznej ilości około 50 cm^3. Wytrząsać energicznie przez 1 min.

Pozostawić rozdzielacz z zawartością w spokoju aż do całkowitego rozdzielenia obu faz i zebrać roztwór mydła w drugim rozdzielaczu. Jeżeli wyjątkowo utworzyłaby się emulsja, zlikwidować ją, dodając w małych ilościach etanol lub stężony roztwór KOH. Powtórzyć ekstrakcję roztworu mydła jeszcze dwa razy, używając za każdym razem około 50 cm^3 eteru naftowego. Zebrać trzy frakcje naftowe w jednym rozdzielaczu i przemywać je, używając za każdym razem 50 cm^3 etanolu o stężeniu 50 procent objętościowo do obojętnej reakcji warstwy wodnej wobec fenoloftaleiny.

Przez górę rozdzielacza przelać ilościowo do wytarowanej kolby okrągłej z dnem płaskim na 250 cm^3 zawartość rozdzielacza, przemywając go parokrotnie eterem naftowym. Usunąć rozpuszczalnik drogą destylacji na wrzącej łaźni wodnej. Wysuszyć pozostałość w suszarce nastawionej na 103°C przez okres 15 min, umieszczając kolbę w pozycji poziomej. Po ochłodzeniu w eksykatorze zważyć. Powtarzać su-

szenie trwające po 15 min do czasu, kiedy ubytek masy między dwoma kolejnymi ważeniami będzie mniejszy niż 0,1 procent. Jeżeli wyniku tego nie uzyska się po 3 kolejnych suszeniach, należy przypuszczać, że w substancji niezmydlającej się występuje substancja obca.

Dla upewnienia się, że substancja niezmydlająca się wolna jest od mydeł, spopielić pozostałość i zmiareczkować popiół 0,1 N roztworem wodnym kwasu solnego w obecności oranżu metylowego.

2.6. Obliczenie wyników. Zawartość substancji niezmydlających się w próbce (X) obliczyć w procentach wagowych w przeliczeniu na suchą masę wg wzoru

$$X = \frac{100 \cdot a}{p}$$

w którym:

a - masa pozostałości, g,

b - masa próbki, g,

W przypadku, gdy spopielono pozostałość i zmiareczkowano popiół 0,1 N roztworem wodnym kwasu solnego zawartość substancji niezmydlających się (X_1) obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{100\,(a - 0{,}32 \cdot N \cdot b)}{p}$$

w którym:

a - masa pozostałości, g,

p - masa próbki, g,

N - dokładna normalność 0,1 N roztworu kwasu solnego,

b - ilość cm^3 kwasu solnego zużyta do miareczkowania.

2.7. 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 identyfikacji próbki.

K O N I E C

Informacje dodatkowe

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Normy związane

PN-60/A-86910 Tłuszcze roślinne jadalne. Pobieranie próbek

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

3. Zalecenia międzynarodowe

International Union of Pure and Applied Chemistry IUPAC II. D.5 Determination of unsaponifiable matter.

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