UKD 665.35:664.33

WYROBY PRZEMYSŁU OLEJARSKIEGO	NORMA BRANŻOWA Tłuszcze roślinne jadalne Metody badań **Oznaczanie zawartości niklu w olejach utwardzonych**	**BN-76 8050-26** Grupa katalogowa XII 62

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania zawartości niklu w olejach utwardzonych.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę stosuje się do surowych i rafinowanych olejów utwardzonych, natomiast nie stosuje się do margaryny.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada metody polega na wyodrębnieniu niklu z próbki sposobem ekstrakcji na ciepło za pomocą kwasu solnego, przeprowadzeniu w kompleks z dwumetyloglioksymem i kolorymetrycznym oznaczaniu jego zawartości.

2.2. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr lub kolorymetr umożliwiający pomiar przy długości fali około 440 nm i wyposażony w kuwety o drodze optycznej 50 lub 10 mm.

b) Łaźnia wodna.

c) Stoper.

d) Pipety jednomiarowe pojemności 10 i 20 cm^3.

e) Pipeta wielomiarowa pojemności 5 i 10 cm^3 z podziałką co 0,1 cm^3.

f) Pipety wyciągnięte z rurki szklanej.

g) Kolby stożkowe pojemności 300 cm^3.

h) Butelki polietylenowe pojemności 100 i 500 cm^3.

i) Biureta pojemności 10 cm^3 z podziałką co 0,02 cm^3.

j) Sączki ilościowe o średnicy 90 mm (średnio twarde).

k) Cylinder pomiarowy pojemności 10 cm^3.

l) Kolby pomiarowe pojemności 100 i 1000 cm^3.

m) Lejki o średnicy 50 mm.

Wszystkie naczynia przed użyciem należy przemyć kwasem azotowym stężonym i sprawdzić, czy są odporne na działanie ditizonu wg 2.4.

2.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny roztwór 37-procentowy cz. d. a.

b) Kwas solny rozcieńczony 1:1 i 1:5.

c) Amoniak roztwór 25-procentowy cz. d. a.

d) Amoniak roztwór 1:1 z wodą redestylowaną.

e) Woda bromowa roztwór 2-procentowy cz. d. a.

f) Dwumetyloglioksym cz. d. a.

g) 1-procentowy roztwór alkoholowy dwumetyloglioksymu przechowywany w ciemnej butelce.

h) Alkohol etylowy 96-procentowy.

i) Eter etylowy.

j) Siarczan niklowy ($NiSO_4 \cdot 7 H_2O$) cz. d. a.

k) Papierki lakmusowe.

l) Ditizon.

m) Chloroform.

n) Kwas azotowy cz. d. a.

o) Roztwory wzorcowe niklu I, II, III należy przechowywać w butelkach polietylenowych.

Roztwór I. Do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm^3 przenieść ilościowo 4,786 g naważonego siarczanu niklowego, rozpuścić w wodzie redestylowanej, a następnie uzupełnić wodą redestylowaną do kreski. Roztwór zawiera 1 g Ni/1 l. Roztwór jest trwały pół roku.

Roztwór II. 10 cm^3 roztworu I przenieść pipetą pomiarową do kolby pomiarowej pojemności 100 cm^3 i uzupełnić wodą redestylowaną do kreski. Roztwór zawiera 0,1 g Ni/1 l. Roztwór należy przygotować bezpośrednio przed użyciem.

Roztwór III. 10 cm^3 roztworu II przenieść pipetą pomiarową do kolby pomiarowej pojemności 100 cm^3 i uzupełnić wodą redestylowaną do kreski. Roztwór zawiera 0,01 g Ni/1 l. Roztwór należy przygotować bezpośrednio przed użyciem.

2.4. Sprawdzanie szkła. Sprawdzanie odporności szkła na działanie ditizonu należy przeprowadzić następująco: wymyte szkło, przepłukane kilkakrotnie wodą destylowaną i dwukrotnie wodą redestylowaną, należy wysuszyć, a następnie wytrząsać w nim 0,001-procentowy roztwór ditizonu w chloroformie. Biurety i pipety napełnić roztworem ditizonu i pozostawić na 1 godz. Zmiana barwy ditizonu jest dowodem nieodporności szkła na działanie ditizonu i takiego szkła nie należy używać do oznaczania niklu. W przypadku minimalnej zmiany barwy roztworu należy szkło wytrawić kilkakrotnie 0,03-procentowym roztworem ditizonu w chloroformie. Po przemyciu szkła chloroformem ponownie sprawdzić 0,001-procentowym roztworem ditizonu jak wyżej. Szkło nie dające żadnego zabarwienia można stosować do oznaczania niklu.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Olejarskiego
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Olejarskiego dnia 20 stycznia 1977 r.
jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą od dnia 1 czerwca 1977 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 5/1977 poz. 14)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE 1977.

Wpływ do WN 19.1.77. Oddano do składu 7.2.77. Druk ukończono w kwietniu 77.
Obj. 0,35 a. w. Nakład 3200+55 egz. Zam. 281/77

Cena zł 1.20

2.5. Przygotowanie szkła i sączków do oznaczania. Czyste szkło przed użyciem przepłukać kwasem azotowym, wodą destylowaną i na koniec wodą redestylowaną. Nie należy stosować mieszaniny chromowej. Sączek ilościowy należy przepłukać na lejku rozcieńczonym kwasem solnym 1:5, a następnie wodą redestylowaną.

2.6. Sposób mycia pipet po wykonaniu oznaczania. Pipety należy wypłukać starannie mieszaniną eteru etylowego i alkoholu etylowego cz. 1:1, a po całkowitym usunięciu oleju wysuszyć.

2.7. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Za pomocą mikrobiurety odmierzyć wzorcowy roztwór niklu III do kolb pomiarowych pojemności 100 cm^3 w ilości 0,25; 0,5; 1,0; 2; 3; 4; 6 i 8 cm^3, co odpowiada 2,5; 5; 10; 20; 30; 40; 60 i 80 μg Ni. Po dodaniu 10 cm^3 rozcieńczonego amoniaku (1:1) dodać 5 cm^3 wody bromowej i dokładnie wymieszać. Roztwór pozostawić w spokoju na 10 min, a następnie dodać 4 cm^3 roztworu amoniaku (1:1). Po 5 min dodać jeszcze 3 cm^3 roztworu amoniaku (1:1). Następnie dodać 4 cm^3 roztworu dwumetyloglioksymu i uzupełnić wodą redestylowaną do kreski. Po 15 min odczytać absorbancję. Otrzymane roztwory umieszczać kolejno w kuwecie o długości drogi optycznej 50 mm i odczytać wartości absorbancji przy długości fali około 440 nm, stosując wodę redestylowaną jako odnośnik. Równolegle wykonać oznaczanie ślepej próby. Skorygować otrzymane wyniki o wielkość ślepej próby. Otrzymane w ten sposób wielkości nanieść na wykres.

2.8. Przygotowanie próbki. Pobieranie i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej wykonać wg PN-76/A-86910 i PN-76/A-86911.

2.9. Wykonanie oznaczania

2.9.1. Ekstrakcja niklu z oleju (pierwszy etap wykonania oznaczania). Do kolby stożkowej pojemności 300 cm^3 odważyć 100±0,1 g badanego materiału, przy czym tłuszcze stałe przed pobraniem muszą być roztopione przez ogrzanie do temperatury około 60°C. Kolbę wraz z próbką umieścić na wrzącej łaźni wodnej i po podgrzaniu do temperatury około 60°C dodać do kolby 10 cm^3 kwasu solnego (1:1). Zamknąć kolbę korkiem ze szlifem i wytrząsać energicznie przez co najmniej 1 min, do wytworzenia emulsji. Następnie umieścić kolbę we wrzącej łaźni wodnej na 15 min w celu całkowitego rozdziału faz. Odpipetować kwaśną warstwę i przesączyć ją przez podwójny, uprzednio przemyty sączek (jak w 2.5), zbierając przesącz w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm^3. Powtórzyć jeszcze dwukrotnie ekstrakcję za pomocą 10 cm^3 kwasu solnego (1:1), a następnie 10 cm^3 wody redestylowanej. Ekstrakty zbierać w kolbie pojemności 100 cm^3.

W przypadku przewidywanej niskiej zawartości niklu użyć do dalszego oznaczania całą ilość ekstraktu.

W przypadku przewidywanej wysokiej zawartości niklu, po uzupełnieniu kolby wodą redestylowaną do kreski, do dalszego oznaczania pobrać 20 cm^3.

2.9.2. Wykonanie oznaczania zawartości niklu w ekstrakcie (drugi etap). Do całości ekstraktu dodać około 20 cm^3 amoniaku (1:1), natomiast do 20 cm^3 pobranych do kolby pojemności 100 cm^3 dodać 10 cm^3 roztworu amoniaku (1:1), odczekać około 30 min do ochłodzenia się próbki, a następnie dodać 5 cm^3 wody bromowej i wymieszać. Pozostawić roztwór na 10 min, po czym dodać 4 cm^3 roztworu amoniaku (1:1), a po około 5 min jeszcze 3 cm^3 roztworu amoniaku (1:1). Następnie dodać 4 cm^3 roztworu dwumetyloglioksymu i uzupełnić wodą redestylowaną do kreski. Po 15 min wykonać pomiar na kolorymetrze w kuwetach długości drogi optycznej 50 mm i przy długości fali około 440 nm. Wykonać równolegle ślepą próbę i pomniejszyć o jej wartość, wartość odczytaną dla roztworu badanego. Ślepą próbę wykonać z taką samą ilością kwasu solnego (1:1), jak w przypadku właściwych prób. W przypadku zbyt intensywnego zabarwienia można stosować kuwety o krótszej drodze optycznej, uwzględniając to przy odczycie wartości z krzywej wzorcowej. Odczytać z wykresu zawartość niklu odpowiadającą zmierzonej absorbancji.

2.10. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość niklu (X) obliczyć w mg na 1 kg produktu wg wzorów:

- w przypadku pobrania 20 cm^3 ekstraktu $X = 0,05 \cdot W$
- w przypadku całości ekstraktu $X = 0,01 \cdot W$

w których W - stężenie niklu odczytane z krzywej, μg Ni.

2.11. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczań różniących się nie więcej niż o 0,09 mg Ni/kg. Wynik należy zaokrąglić do drugiego miejsca po przecinku zgodnie z PN-70/A-02120 Metoda Z.

2.12. Odtwarzalność metody. Średnia wyników dwóch równoległych oznaczań wykonanych w różnych laboratoriach nie powinna różnić się więcej niż o 50%.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Zjednoczenie Przemysłu Olejarskiego, Warszawa.

2. Normy związane

PN-76/A-86910 Tłuszcze roślinne jadalne. Pobieranie próbek

PN-76/A-86911 Tłuszcze roślinne jadalne. Metody badań. Przygotowanie próbek do analizy

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

10817