UKD 665.35:664.315:546.19.062

WYROBY PRZEMYSŁU OLEJARSKIEGO	NORMA BRANŻOWA Tłuszcze roślinne jadalne **Metody badań** **Oznaczanie zawartości arsenu**	**BN-78** **8050-27** Grupa katalogowa XII 69

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania zawartości arsenu w produktach przemysłu olejarskiego.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę stosuje się do produktów przemysłu olejarskiego.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada metody polega na wyodrębnieniu arsenu z próbki przez ekstrakcję na ciepło za pomocą kwasu solnego, zredukowanie związków arsenu do gazowego arsenowodoru wodorem in statu nascendi oraz zmierzenie absorbancji kompleksu barwnego otrzymanego w wyniku pochłonięcia arsenowodoru w pirydynowym roztworze dwuetylodwutiokarbaminianu srebra.

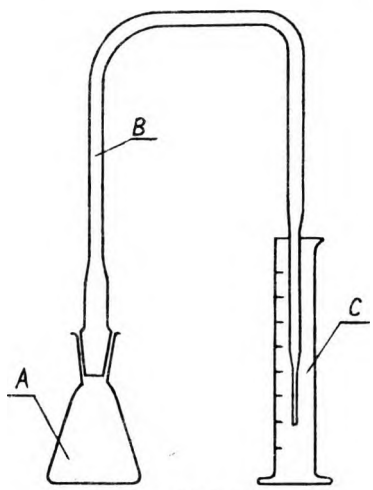
Zasadę metody wyraża się następującym wzorem:

$$AsH_3 + 6\,AgDDTK \longrightarrow 6\,Ag + 3\,HDDTK + As(DDTK)_3$$

2.2. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr lub fotokolorymetr umożliwiający pomiar przy długości fali 530 nm, z kuwetami o grubości warstwy pochłaniającej 1 cm.

b) Zestaw do oznaczania arsenu - według rysunku.



BN-78/8050-27

c) Typowy zestaw aparatury do destylacji cieczy wrzących poniżej 140÷150°C.

d) Łaźnia wodna.

e) Kolby z dnem płaskim pojemności 300 cm^3.

f) Pipety wyciągnięte z rurki szklanej.

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

h) Pipety pojemności 2, 5, 10 cm^3 z podziałką co 0,1 cm^3.

i) Lejki o średnicy 50 mm.

j) Sączki ilościowe (średniotwarde).

k) Kolby pomiarowe pojemności 100 i 1 000 cm^3.

Używane do analizy naczynia po dokładnym umyciu należy przemyć kwasem azotowym (1+1) i dwukrotnie wodą redestylowaną.

2.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz. d. a. (1,18).

b) Kwas solny rozcieńczony (1+1), (1+5) i roztwór 2N.

c) Chlorek cynawy $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ cz. d. a., roztwór 40-procentowy w roztworze kwasu solnego (3+1).

d) Cynk metaliczny do oznaczania arsenu cz. d. a.

e) Jodek potasowy cz. d. a., roztwór 15-procentowy.

f) Chlorek niklawy cz. d. a., roztwór 10-procentowy.

g) Wata nasycona octanem ołowiawym przygotowana wg PN-68/C-06500.

h) Dwuetylodwutiokarbaminian srebra $(C_2H_5)_2 \cdot N \cdot CSSAg$, 1-procentowy roztwór pirydynowy.

Otrzymywanie AgDDTK. Rozpuścić 9 g $AgNO_3$ w 100 cm^3 wody redestylowanej i 13 g DDTK-Na-$3H_2O$ w 100 cm^3 wody redestylowanej. Dodawać powoli w ciągu 15÷20 min dobrze mieszając roztwór $AgNO_3$ do roztworu DDTK-Na. Odsączyć wydzielony osad AgDDTK na lejku Büchnera nr 3 dokładnie przemywając wodą redestylowaną. Osad suszyć w temperaturze 100°C do stałej masy.

i) Azotan srebra cz. d. a.

j) Wodorotlenek sodu cz. d. a., roztwór 2N.

k) Roztwory wzorcowe arsenu:

Roztwór wzorcowy podstawowy - zawartość arsenu 1 mg/cm^3. Rozpuścić 1,32 g As_2O_3 w 20 cm^3 2N roztworu

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Olejarskiego
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Olejarskiego dnia 15 maja 1978 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1978 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 17/1978 poz. 77)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE 1978. Druk. Wyd. Norm. W-wa, Ark. wyd. 0,30 Nakł. 3000+55 Zam. 1863/78 Cena zł 1,80

NaOH, zobojętnić 2N roztworem kwasu solnego i uzupełnić wodą redestylowaną do objętości 1 dm^3.

Roztwór wzorcowy pośredni - zawartość arsenu 10 $\mu g/cm^3$. 10 cm^3 roztworu podstawowego przenieść pipetą pomiarową do kolby pomiarowej pojemności 1 dm^3 i uzupełnić wodą redestylowaną do kreski.

Roztwór wzorcowy roboczy - zawartość arsenu 1 $\mu g/cm^3$. 10 cm^3 roztworu pośredniego przenieść pipetą pomiarową do kolby pomiarowej pojemności 1 dm^3 i uzupełnić wodą redestylowaną do kreski.

Roztwory wzorcowe pośredni i roboczy należy przygotowywać bezpośrednio przed użyciem.

2.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do kolb stożkowych pojemności 50 cm^3 odmierzyć za pomocą mikrobiuret 0, 1, 2, 4, 6, 10 cm^3 roztworu roboczego wg 2.3 k), co odpowiada 0, 1, 2, 4, 6, 10 µg As. Dodać następnie 7,5 cm^3 stężonego kwasu solnego i uzupełnić kolejno wodą redestylowaną do objętości 35 cm^3. Dodać 4 cm^3 roztworu jodku potasowego, 4 krople roztworu chlorku cynowego, 2 krople roztworu chlorku niklawego. W nasadce zestawu do oznaczania arsenu umieścić watkę nasyconą octanem ołowiawym, a w cylindrze zestawu 5 cm^3 roztworu AgDDTK. Do kolby stożkowej wrzucić 3 g cynku i natychmiast zestawić według rysunku aparat do oznaczania arsenu. Po upływie 45 min przerwać reakcję, przenieść roztwór AgDDTK do kuwety i zmierzyć absorbancję przy długości fali około 530 nm. Z otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową odkładając na osi rzędnych wartości absorbancji, a na osi odciętych zawartość arsenu w mikrogramach. Jako odnośnik stosować ślepą odczynnikową. Dla produktów zawierających białko, w których arsenu nie można oznaczyć bezpośrednio, należy wykreślić oddzielną krzywą wzorcową z uwzględnieniem procesu destylacji. W tym przypadku reakcję wytwarzania i pochłaniania arsenowodoru w pirydynowym roztworze AgDDTK prowadzić przez 60 min. Krzywą należy wykreślać raz na 3 miesiące lub przy każdorazowej zmianie odczynników.

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

2.6. Wykonanie oznaczania polega na wydobyciu arsenu z próbki za pomocą ekstrakcji kwaśnej i kolorymetrycznym oznaczeniu jego zawartości.

W przypadku ciemnego zabarwienia ekstraktu kwaśnego (margaryna o zawartości 82% tłuszczu) dodatkowo stosuje się oddzielanie arsenu od substancji przeszkadzających w bezpośrednim oznaczaniu na drodze destylacji (wg 2.6.2).

2.6.1. Ekstrakcja arsenu z produktów przemysłu olejarskiego. Do kolby Erlenmeyera pojemności 300 cm^3 odważyć 50 ±0,1 g badanego materiału. 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 kolbę umieścić we wrzącej łaźni wodnej na 15 min w celu całkowitego rozdziału faz. Odpipetować warstwę kwaśną i przesączyć ją przez sączek uprzednio przemyty kwasem solnym (1+5). Powtórzyć jeszcze dwukrotnie ekstrakcję za pomocą 5 cm^3 kwasu solnego (1+1), a następnie 5 cm^3 wody redestylowanej. Ekstrakty każdorazowo przenosić do tej samej kolbki stożkowej lub zlewki. Całość ekstraktu używać do dalszego oznaczania.

2.6.2. Oddzielanie arsenu od substancji przeszkadzających w tworzeniu arsenowodoru. Ekstrakt kwaśny należy przenieść do kolby destylacyjnej popłukując naczynie 5 cm^3 wody redestylowanej. Destylację prowadzić w temperaturze 110÷115°C w ciągu 15 min do odbieralnika zawierającego 10 cm^3 wody redestylowanej i 2 cm^3 roztworu chlorku cynawego.

2.6.3. Wykonanie oznaczania zawartości arsenu w ekstrakcie lub destylacie. Ekstrakt kwaśny uzupełnić wodą redestylowaną do objętości 35 cm^3, a do destylatu dodać 2 cm^3 kwasu solnego (1+1). Następnie postępować jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej, tj. dodać kolejno roztwór jodku potasowego, chlorek cynawy itd. Zawartość arsenu w mikrogramach w próbce badanej odczytać z odpowiedniej krzywej wzorcowej.

2.7. Obliczanie wyniku. Zawartość arsenu (X) w miligramach na 1 kg badanego produktu obliczyć według wzoru

$$X = \frac{a}{g}$$

w którym:

a - zawartość arsenu odczytana z krzywej, µg,

g - odważka produktu badanego, g.

2.8. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch wyników, między którymi różnica nie przekracza 10% wyniku mniejszego.

2.9. Odtwarzalność metody - 60%. Odtwarzalność - średni błąd metody otrzymany na podstawie badań międzylaboratoryjnych.

KONIEC

12081

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Instytut Przemysłu Mięsnego i Tłuszczowego, Warszawa.

2. Normy związane

PN-76/A-86910 Tłuszcze roślinne jadalne. Pobieranie próbek i przygotowywanie próbki laboratoryjnej

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

PN-68/C-06500 Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii