

WYROBY PRZEMYSŁU SPOŻYWCZEGO	N O R M A   B R A N Ż O W A	BN-86
	Tłuszcze roślinne jadalne Metody badań	8050-30
	Spektrofotometryczne oznaczanie barwy ogólnej olejów	Grupa katalogowa 1269

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest oznaczanie barwy ogólnej ciekłych surowych, bielonych i rafinowanych olejów przez pomiar absorbancji przy dwóch długościach fali:  $\lambda = 460$  nm i  $\lambda = 666$  nm.

**1.2. Zakres stosowania normy.** Normę należy stosować do ciekłego surowego, bielonego i rafinowanego oleju rzepakowego, sojowego i słonecznikowego.

## 2. METODA OZNACZANIA

**2.1. Zasada metody** polega na pomiarze absorbancji rozcieńczonych próbek olejów przy długości fali  $\lambda = 460$  nm charakterystycznej dla grupy barwników karotenoidowych i przy długości fali  $\lambda = 666$  nm charakterystycznej dla grupy barwników chlorofilowych oraz zsumowaniu znalezionych wartości i pomnożeniu przez 1000.

### 2.2. Aparatura i przyrządy

- Kolorymetr spektralny Spekol 11 z przystawką Ek-1 i zewnętrznym stabilizatorem napięcia.
- Suszarka elektryczna z termoregulacją.
- Suszarka próżniowa.
- Kuwety szklane o długości drogi optycznej 1 cm.
- Probówki ze skalą z doszlifowanym korkiem pojemności  $15 \div 20$  cm<sup>3</sup>.
- Pipety do pobierania próbki.
- Tryskawka z polietylenu pojemności 250 cm<sup>3</sup>.
- Kolba pomiarowa pojemności 100 cm<sup>3</sup>.
- Cylinder pomiarowy pojemności 20 cm<sup>3</sup>.

### 2.3. Odczynniki i roztwory

- Siarczan niku  $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  cz.d.a.
- Siarczan kobaltu  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  cz.d.a.
- Czterochlorek węgla  $\text{CCl}_4$  cz.d.a.
- Woda destylowana.
- Kwas solny  $\text{HCl}$  cz.d.a., roztwór wodny mol/dm<sup>3</sup>.
- Roztwór wzorcowy do kalibracji kolorymetru: do kolby pomiarowej wg 2.2h), odmierzyć 11,5 cm<sup>3</sup> wodnego roztworu kwasu solnego wg poz. e) rozpuścić 4,7 g siarczanu niku i 3,1 g siarczanu kobaltu. Dopełnić wodą destylowaną do 100 cm<sup>3</sup>. Roztwór sporzą-

dzać co najmniej na jeden dzień przed pomiarem. Roztwór przechowywany w temperaturze pokojowej ( $20^\circ\text{C} \pm 2$ ) zachowuje trwałość przez 3 miesiące.

**2.4. Przygotowanie szkła.** Kuwety myć ciepłą wodą z dodatkiem detergentu, płukać dokładnie  $\text{CCl}_4$  i bardzo dokładnie osuszać do każdego pomiaru.

**2.5. Pobieranie próbki** — wg PN-85/A-86910.

**2.6. Przygotowanie próbek.** Jeżeli próbka w temperaturze  $20^\circ\text{C} \pm 2$  nie jest całkowicie klarowna, należy podgrzać ją w suszarce elektrycznej w temperaturze  $50^\circ\text{C}$  do uzyskania całkowitej klarowności. W przypadku widocznych zanieczyszczeń, próbkę przefiltrować. Próbki bardzo mocno zawodnione należy suszyć w suszarce próżniowej wg PN-73/A-86912. Stosowanie bezwodnego siarczanu sodowego do osuszania próbek jest niedopuszczalne.

### 2.7. Wykonanie oznaczenia

**2.7.1. Kalibracja kolorymetru.** Włączyć aparat i nagrzewać 15 min przed przystąpieniem do wykonywania pomiaru. Ustawić szczelinę na minimalny przepływ światła oraz na niebieskoczułą fotokomórkę. Badać transmitancję roztworu wzorcowego przygotowanego wg 2.3f) w kuwecie wg 2.2d), wobec  $\text{CCl}_4$  w temperaturze  $20^\circ\text{C} \pm 2$ . Jeśli aparat jest prawidłowo wyregulowany daje odczyty transmitancji wg tabl. 1.

Tablica 1

Długość fali $\lambda$ , nm	Transmitancja, T
439	51,4 $\pm 0,3$
512	26,9 $\pm 0,5$
581	73,3 $\pm 0,3$

Pomiar transmitancji z zastosowaniem dwóch kuwet zawierających próbkę zerową i badany roztwór wzorcowy nie powinien się różnić więcej niż 0,5 T.

### 2.7.2. Pomiar roztworów badanych

**a) Pomiar absorbancji grupy barwników karotenoidowych.** Do próbki szklanej wg 2.2e), odmierzyć 5 cm<sup>3</sup> rozpuszczalnika  $\text{CCl}_4$ , dodać 1 cm<sup>3</sup> badanej próbki o temperaturze  $20^\circ\text{C} \pm 2$  i całość uzupełnić do 11 cm<sup>3</sup> rozpuszczalnikiem  $\text{CCl}_4$ . Roztwór wymieszać, przenieść do kuwety wg 2.2d). Mierzyć absorbancję roztworu przy długości fali  $\lambda = 460$  nm, używając fotokomórki

Zgłoszona przez Instytut Przemysłu Mięsnego i Tłuszczowego  
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Przemysłu Mięsnego i Tłuszczowego dnia 1 września 1986 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 lutego 1987 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 16/1986, poz. 33)

niebieskoczulej, wobec  $\text{CCl}_4$ . Wykonać trzykrotny pomiar badanego roztworu z dokładnością do 0,001, za każdym razem używając czystej kuwety; obliczyć średnią arytmetyczną.

b) **Pomiar absorbancji grupy barwników chlorofilowych.** Do próbki szklanej wg 2.2e) odmierzyć  $3 \text{ cm}^3$  rozpuszczalnika  $\text{CCl}_4$  oraz  $3 \text{ cm}^3$  badanej próbki o temperaturze  $20^\circ\text{C} \pm 2$ . Roztwór wymieszać, przenieść do kuwety wg 2.2d). Mierzyć absorbancję roztworu przy długości fali  $\lambda = 666 \text{ nm}$ , używając fotokomórki czerwonooculej, wobec  $\text{CCl}_4$ . Wykonać trzykrotny pomiar badanego roztworu z dokładnością do 0,001, za każdym razem używając czystej, suchej kuwety; obliczyć średnią arytmetyczną.

**2.8. Obliczanie wyników badania.** Barwę ogólną ( $B$ ) badanej próbki obliczyć wg wzoru

$$B = 1000 (A_{460} + A_{666})$$

$A_{460}$  — zmierzona wartość absorbancji badanej próbki o rozcieńczeniu 1:10, przy długości fali  $\lambda = 460 \text{ nm}$ ,

$A_{666}$  — zmierzona wartość absorbancji badanej próbki o rozcieńczeniu 1:1, przy długości fali  $\lambda = 666 \text{ nm}$ ,

1000 — współczynnik przeliczeniowy wynikający z dokładności pomiaru.

## 2.9. Wynik końcowy

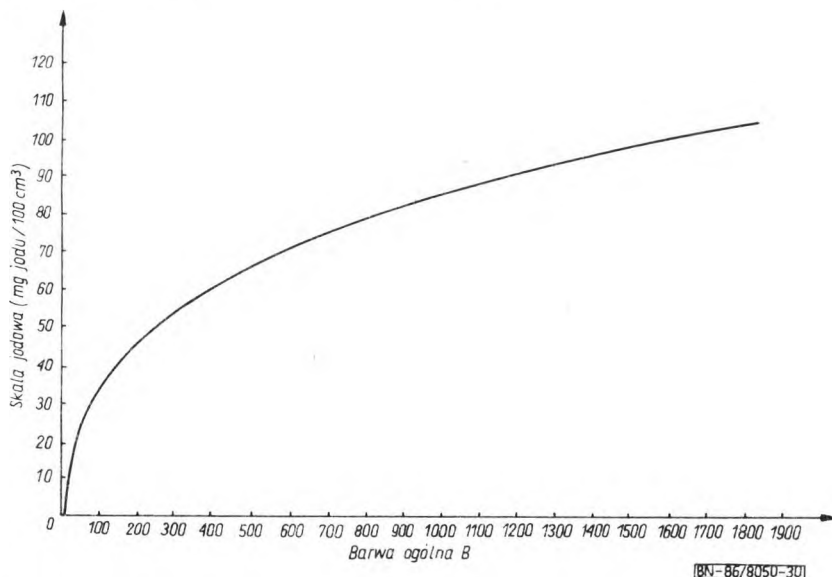
a) **Powtarzalność metody.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń wykonanych zgodnie z 2.7, których wartość różnicy barwy ogólnej  $B$  nie przekracza danych wg tabl. 2.

Tablica 2

Rodzaj oleju	Wartość barwy ogólnej ( $B$ )	Dopuszczalna różnica
Rzepakowy	do 50	3
	do 50 do 500	5
	powyżej 500	10
Sojowy	do 40	3
	od 40 do 300	4
	powyżej 300	3
Słonecznikowy	do 20	2
	od 20 do 100	3
	powyżej 100	5

b) **Odtwarzalność metody.** Średnia wyników dwóch równoległych oznaczeń wykonanych w różnych laboratoriach nie powinna różnić się więcej niż o 50%.

c) **Współzależność metody spektrofotometrycznej z metodą wizualną.** W przypadku stosowania metody wizualnej za pomocą skali jodowej wg PN-84/C-04534/02 ustalić współzależność wyników wg rysunku.



Zależność intensywności zabarwienia olejów wyrażona w skali jodowej i jednostkach barwy ogólnej  $B$

K O N I E C

## INFORMACJE DODATKOWE

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

### 2. Normy związane

PN-85/A-86910 Tłuszcze roślinne jadalne. Pobieranie próbek

PN-73/A-86912 Tłuszcze roślinne jadalne. Metody badań. Oznaczanie zawartości wody i substancji lotnych

PN-84/C-04534/02 Analiza chemiczna. Oznaczanie barwy produktów chemicznych za pomocą skali jodowej

### 3. Normy zagraniczne

Francja NF-T 60-224 Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination spectrophotométrique de la couleur

4. **Autor projektu normy** — mgr inż. Małgorzata Jerzewska — Instytut Przemysłu Mięsnego i Tłuszczowego, Warszawa.