

WYROBY PRZEMYSŁU SPOŻYWCZEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-72
	Tłuszcze roślinne jadalne	8050-08
	Metody badań	
	Oznaczanie stabilności	Grupa katalogowa XII 69

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania stabilności tłuszczu.

1.2. Zakres stosowania metody. Metoda ma zastosowanie do oznaczania stabilności ciekłych olejów roślinnych. Można ją stosować również do olejów zawierających przeciwutleniacze w ustalonych granicach stężeń oraz do badania efektywności nowych przeciwutleniaczy.

1.3. Normy związane

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

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

PN-60/A-86918 Tłuszcze roślinne jadalne. Metody badań. Oznaczanie zawartości nadtlenków

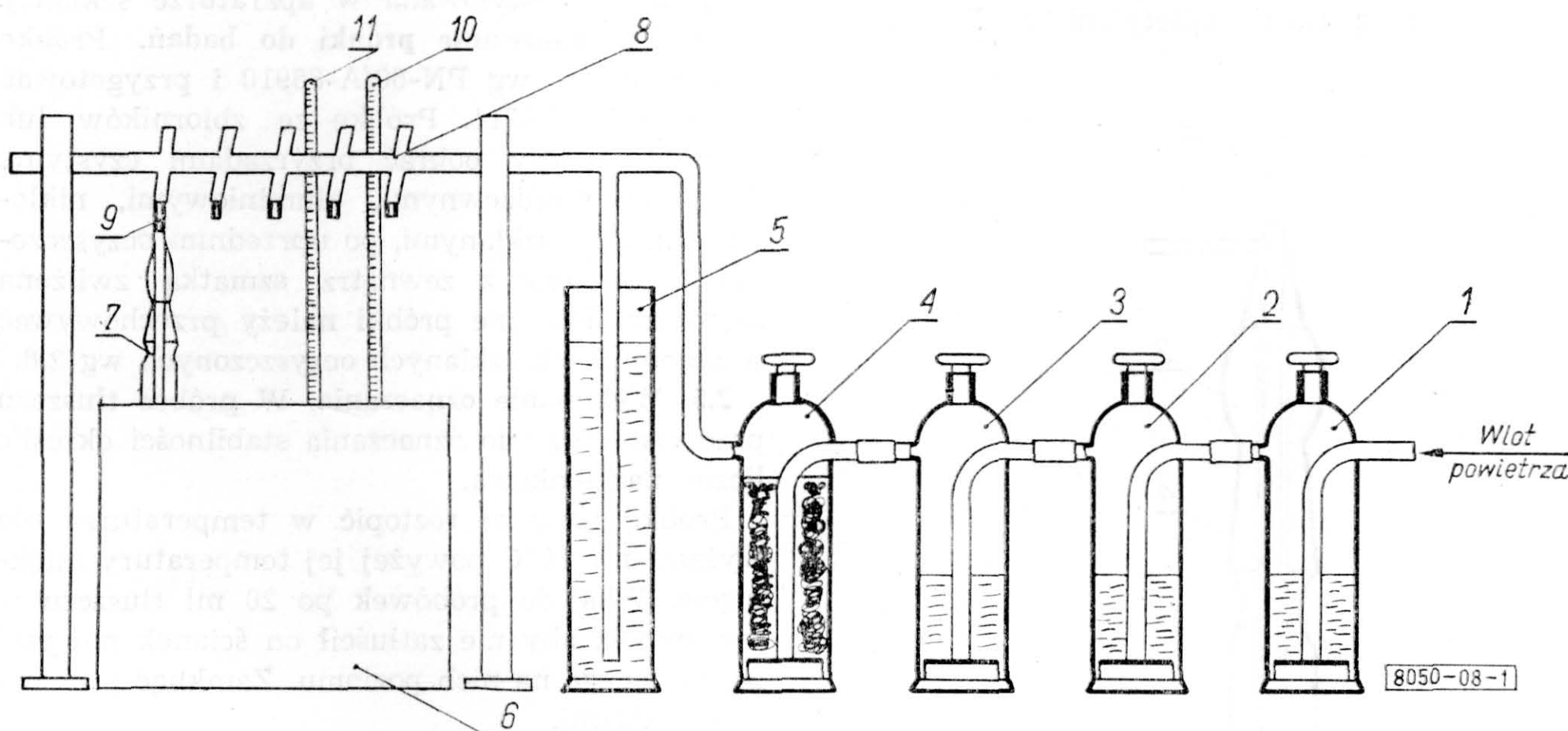
PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada metody. Metoda polega na określeniu zawartości nadtlenków w próbce tłuszczu po 4 godz poddawania go warunkom badania.

2.2. Aparatura i przyrządy — wg rys. 1.

a) Zmodyfikowany ultratermostat, wypełniony gliceryną i utrzymujący stałą temperaturę $110 \pm 0,2^\circ\text{C}$. W pokrywie termostatu wycięte są otwory, w których umieszcza się próbówki reakcyjne. Wewnątrz termostatu umieszczona jest podpórka z blachy perforowanej w ten sposób, aby próbówki reakcyjne zanurzone były w glicerynie powyżej poziomu znajdującego się w nich



Rys. 1. Zestaw przyrządów do oznaczania stabilności

1 i 3 — płuczki z wodą destylowaną, 2 — płuczka z roztworem $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, 4 — płuczka z watą szklaną, 5 — manostat, 6 — łaźnia, 7 — próbówki reakcyjne, 8 — rozdzielacz powietrza, 9 — kapilary, 10 — termometr kontaktowy, 11 — termometr

Zjednoczenie Przemysłu Olejarskiego

Ustanowiona przez Dyrektora ZPO dnia 16 października 1972 r.

jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą od dnia 1 kwietnia 1973 r.

(Dz. Norm. i Miar nr 5/1973 poz. 12)

oleju. Dla lepszego umocowania probówek reakcyjnych pod powierzchnią pokrywy umieszczona jest płyta gumowa o grubości 2÷3 mm, w której wycięte są otwory nieco mniejsze od średnicy probówek.

b) Zestaw do oczyszczania powietrza, składający się z czterech płuczek szklanych pojemności 500 lub 1000 ml, które wypełnione są kolejno:

- wodą destylowaną,
- 2-procentowym roztworem $K_2Cr_2O_7$ w 0,1n roztworze H_2SO_4 ,
- wodą destylowaną,
- watą szklaną.

c) Manostat wodny służący do regulowania szybkości przepływu oczyszczonego powietrza. Jest to szklany cylinder o wysokości około 500 mm wypełniony wodą destylowaną. Na głębokości około 300 mm zanurzona jest rurka szklana połączona z trójnikiem, umieszczonym na drodze powietrza przepływającego z układu oczyszczającego do rozdzielającego.

d) Urządzenie do rozdzielania powietrza. Jest to szklana rurka rozdzielacza o średnicy około 20 mm i długości około 300 mm z 16 bocznymi rurkami wyjściowymi o średnicy 5 mm każda. Rurka wyjściowa połączona jest z kapilarą, której drugi koniec połączony jest z rurką wlotową znajdującą się w nasadce probówki reakcyjnej. Łącznikami są rurki polietylenowe. Wykalibro-

wane kapilary powinny zapewniać jednakowy przepływ powietrza przez probówki z szybkością $2,33 \text{ ml/s} \pm 10\%$. Oczyszczone w płuczkach powietrze rozdziela się w trójniku i główna jego część wchodzi do układu rozdzielającego.

e) Probówki reakcyjne wg rys. 2 o średnicy 25 mm i długości około 200 mm z doszlifowanymi nasadkami, w których wtopione są rurki napowietrzająca i wlotowa. Na probówkach zaznaczony jest poziom odpowiadający pojemności 20 ml.

f) Termometr o zakresie pomiarowym do 120°C z dokładnością do $0,1^\circ\text{C}$.

g) Naczynia do mycia probówek wykonane ze stali nierdzewnej. Wielkość naczynia powinna być dostatecznie duża, aby probówki i nasadki leżały swobodnie na jej dnie.

h) Szczotka nylonowa do mycia probówek.

i) Kleszcze ze stali nierdzewnej lub niklowane do trzymania probówek w gorącym detergen-cie.

2.3. Odczynniki i roztwory

a) Eter naftowy cz., frakcja wrząca powyżej 60°C .

b) Aceton cz.

c) Mydło rozgotowane w wodzie destylowanej, roztwór 1-procentowy.

d) Woda destylowana w aparaturze szklanej.

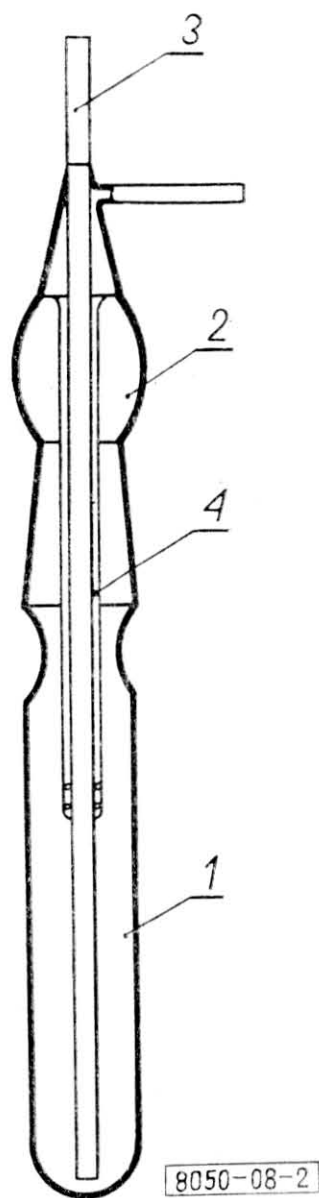
2.4. Przygotowanie próbki do badań. Próbkę należy pobrać wg PN-60/A-86910 i przygotować wg PN-60/A-86911. Próbkę ze zbiorników lub aparatów należy pobrać przyrządami czystymi, wyłącznie nierdzewnymi, aluminiowymi, niklowanymi albo szklanymi, po uprzednim oczyszczeniu przewodów z zewnątrz szmatką zwilżoną acetonem. Pobrane próbki należy przechowywać w pojemnikach szklanych oczyszczonych wg 2.6.

2.5. Wykonanie oznaczania. W próbce tłuszczu przeznaczonego do oznaczania stabilności określić liczbę nadtlenkową.

Próbkę tłuszczu roztopić w temperaturze nie wyższej niż 10°C powyżej jej temperatury mięknienia. Wlać do probówek po 20 ml tłuszczu w ten sposób, aby nie zatłuszczył on ścianek powyżej zaznaczonego na nich poziomu. Zamknąć probówki nasadkami.

Wstawić probówki do naczynia z wrzącą wodą. Po 5 min wyjąć z wody i natychmiast umieścić w ultratermostacie o temperaturze $110 \pm 0,2^\circ\text{C}$, po czym połączyć nasadkę z kapilarą rozdzielacza i uregulować przepływ powietrza. W czasie napowietrzania tłuszczu w każdej probówce reakcyjnej powinna być utrzymywana jednakowa temperatura. Zapisać czas rozpoczęcia doświadczenia.

Po 4 godz pobrać próbkę oleju i oznaczyć w niej zawartość nadtlenków wg PN-60/A-86918.



Rys. 2. Probówka reakcyjna z nasadką
1 — probówka, 2 — nasadka, 3 — rurka wlotowa, 4 — rurka wylotowa

W przypadku konieczności przerwania oznaczania należy wyjąć próbówki z łaźni, natychmiast je ostudzić i przechowywać nie dłużej niż 24 godz w temperaturze poniżej 10°C do chwili ponownego rozpoczęcia oznaczania. Oznaczanie rozpocząć od chwili roztopienia próbki tłuszczu w temperaturze nie wyższej niż 10°C.

2.6. Mycie próbówek i nasadek. Probówki należy opróżnić z tłuszczu i następnie przemyć je rozpuszczalnikiem. Jeżeli próbówki myje się bezpośrednio po oznaczaniu, a liczba jodowa tłuszczu nie jest większa niż 100, należy stosować do mycia eter naftowy. W innych przypadkach należy używać acetonu. Następnie wymyć każdą próbkę wrzącym roztworem detergentu używając nylonowej szczotki. Włożyć próbówki i nasadki do gorącego roztworu detergentu w ten sposób, aby były całkowicie zanurzone bez powstawania w nich pęcherzyków powietrza. Probówki i nasadki gotować w ciągu 30 min. Wyczyścić próbówki nylonową szczotką, po czym wypłukać je dwukrotnie w gorącym roztworze detergentu. Na-

stępnie próbówki i nasadki opłukać dokładnie najpierw wodą z kranu, potem wodą destylowaną i umieścić je w zlewce pojemności 2 dm³ z wodą destylowaną całkowicie je zanurzając. Moczyć co najmniej 1 godz, po czym wyjąć je ze zlewki i płukać raz jeszcze wodą destylowaną. Osuszyć wstępnie na bibule i całkowicie w suszarce w temperaturze 100÷105°C. Mycie należy tak prowadzić, aby suszenie próbówek i nasadek odbywało się jednocześnie. Po wysuszeniu próbówki i nasadki umieścić w miejscu zabezpieczonym przed dostępem kurzu.

2.7. Liczba oznaczeń. Każde oznaczenie wykonuje się w dwu równoległych powtórzeniach w dwu próbkach.

2.8. Dopuszczalna różnica między wynikami. Różnica między dwoma równoległymi wynikami jako liczba Lea nie powinna przekraczać 2,0.

2.9. Ocena wyników badań. Wartości liczbowe występujące w normie należy interpretować wg PN-70/N-02120 (Metoda Z).

K O N I E C