

WYROBY PRZEMYSŁU OLEJARSKIEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-73
	Tłuszcze roślinne jadalne Metody badań	8050-10
	Oznaczanie zawartości żelaza	
		Grupa katalogowa XII 69

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania zawartości żelaza w ciekłych olejach rafinowanych i surowych metodą kolorymetryczną.

1.2. Normy związane

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

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

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

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada metody polega na wyodrębnianiu żelaza z oleju przez ekstrakcję kwasem solnym, przeprowadzeniu żelaza w kompleks z kwasem tioglikolowym i kolorymetrycznym oznaczaniu jego zawartości.

2.2. Aparatura i przyrządy

a) Fotokolorymetr wyposażony w filtr o maksimum pochłaniania 540 nm lub spektrofotometr do zakresu widzialnego, kuwety o długości drogi optycznej 5 cm.

b) Silnik elektryczny do mieszadła około 2 800 obr/min.

c) Wirówka 4500 obr/min.

d) Elektryczna płytka grzejna.

e) Łaźnia wodna o temperaturze 70°C.

f) Sekundomierz.

g) Probówki do wirówki o pojemności 100 ml.

h) Pipety pomiarowe pojemności 2,5 ml, 5 ml, 10 ml.

i) Zlewka o pojemności 25 ml, 100 ml.

j) Pipeta wyciągnięta z rurki szklanej wg rys. 1.

k) Mieszadełko szklane z pręcika szklanego wg rys. 1.

l) Butelka polietylenowa pojemności 100 ml i 1000 ml.

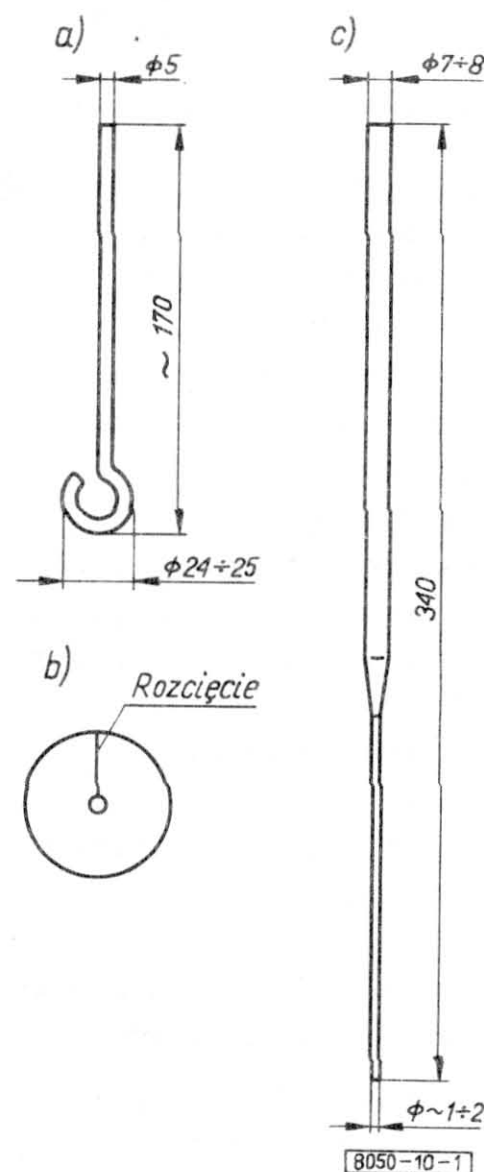
z) Kolba pomiarowa pojemności 25 ml, 50 ml, 1000 ml.

m) Lejek o średnicy 15 mm.

n) Kryształizator o pojemności około 500 ml.

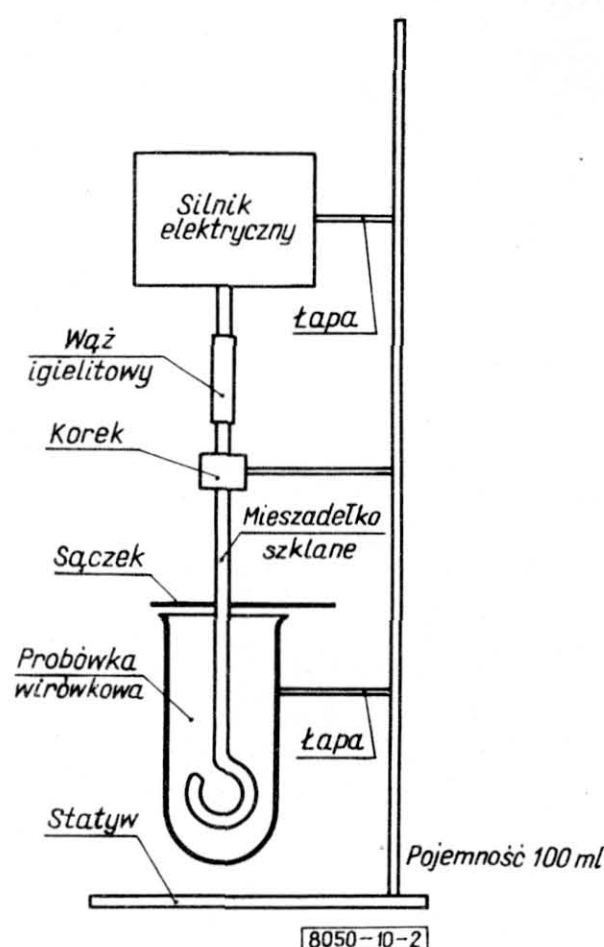
o) Biureta pojemności 25 ml.

Składowe części i zestaw do ekstrakcji przedstawiono na rys. 1 i 2.



Rys. 1. Składowe części zestawu do ekstrakcji: a) mieszadełko szklane, b) sącze osłaniający probówkę, c) pipeta szklana

Zjednoczenie Przemysłu Olejarskiego
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora ZPO dnia 3 października 1973 r.
jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą od dnia 1 kwietnia 1974 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 4/1974 poz. 9)



Rys. 2. Zestaw do ekstrakcji żelaza z oleju

2.3. Odczynniki, roztwory i materiały pomocnicze

- Kwas solny spektralnie cz. około 20,5%, 1:1 z wodą redestylowaną.
- Kwas solny stężony cz.d.a.
- Kwas solny stężony cz., 1:1.
- Eter etylowy cz.
- Alkohol etylowy cz.
- Woda redestylowana.
- Żelazowo-amonowy siarczan cz.d.a.
- Amoniak stężony cz.d.a. (0,88).
- Kwas cytrynowy cz.d.a., roztwór 50-procentowy wag./obj.
- Kwas tioglikolowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy wag./obj.
- Kwas siarkowy stężony cz.d.a.
- Wzorcowe roztwory żelaza.
- Lód.
- Sączki ilościowe o średnicy 5 cm.
- Papierki wskaźnikowe uniwersalne.

Roztwór I o zawartości 1000 μg Fe w 1 ml. Do sporządzenia roztworu, rozpuścić około 8,6350 g siarczanu żelazowoamonowego $[\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}]$ cz.d.a. w 5 ml rozcieńczonego kwasu siarkowego cz.d.a. (1:3) i przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml. Uzupełnić wodą redestylowaną do kreski.

Roztwór II o zawartości 10 μg Fe na ml. 10 ml roztworu I przenieść pipetą pomiarową do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml, dodać 5 ml rozcieńczonego kwasu siarkowego cz.d.a. (1:3) i uzupełnić wodą redestylowaną do kreski.

Roztwory przechowywać w butelkach polietylenowych.

2.4. Przygotowanie szkła i sączków do oznaczania. Do oznaczeń należy używać szkła przeznaczonego wyłącznie do tej analizy. Polecane jest szkło

tej samej marki (np. Quickfit, Jena, Silvit) dla wszystkich prób. Szkło należy przed użyciem wypłukać kwasem solnym 1:1, następnie wodą zwykłą, wodą destylowaną i na koniec wodą redestylowaną. Wysuszyć.

Sączek ilościowy należy przepłukać na lejku rozcieńczonym kwasem solnym 1:5, a następnie wodą destylowaną i redestylowaną do zaniku kwaśnego odczynu. Sprawdzić papierkiem uniwersalnym.

2.5. Sposób mycia pipet po wykonaniu oznaczania.

Pipety należy wypłukać starannie mieszaniną eteru etylowego z alkoholem etylowym cz. 1:1, a po całkowitym usunięciu oleju wysuszyć.

2.6. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do sześciu kolb pomiarowych o pojemności 25 ml odmierzyć wzorcowy roztwór żelaza II w ilości: 1; 2; 3; 4; 5; 6 ml, co odpowiada stężeniu w roztworze: 0,4; 0,8; 1,2; 1,6; 2,0; 2,4 mg Fe/l. Następnie kolejno do odmierzonych roztworów (również do ślepej próby) dodawać mieszając odczynniki w następującej ilości i kolejności:

- 4 ml 50-procentowego roztworu kwasu cytrynowego,
- 7 ml amoniaku stężonego cz.d.a. i ochłodzić do temperatury pokojowej w wodzie z lodem,
- 5 ml roztworu kwasu tioglikowego cz.d.a.

Po każdorazowym dodaniu odczynników roztwór starannie wymieszać. Uzupełnić kolbę wodą redestylowaną do kreski, wymieszać. Roztwory powinny mieć pH powyżej 9. Odczyn pH należy sprawdzić papierkiem uniwersalnym. Pomiar wykonać po upływie 5 min po dodaniu odczynników, ale nie więcej niż po 1 godz. Mierzyć absorpcję ślepej próby i badanych roztworów wobec wody jako odnośnika. Odjąć wartość ślepej próby od zmierzonej absorpcji prób wzorcowych. Nanieść otrzymane wyniki na wykres odkładając wartość absorpcji na osi y, a zawartość żelaza w mg/l na osi x. Wykres krzywej wzorcowej powinien stanowić linię prostą przechodzącą przez początek układu współrzędnych.

2.7. Przygotowanie próbek. Pobieranie i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej wykonać wg PN-60/A-86910 i PN-60/A-86911 p. 2.2 b) i 2.2 c).

2.8. Wykonanie oznaczania przebiega w dwóch etapach: ekstrakcja żelaza z oleju i oznaczanie kolorymetryczne zawartości żelaza w ekstrakcie.

2.8.1. Ekstrakcja żelaza z oleju rafinowanego i surowego

2.8.1.1. Ekstrakcja żelaza z oleju rafinowanego. Do odważonego w probówce wirówkowej 60 g oleju rafinowanego odmierzyć z biurety 3,1 ml rozcieńczonego kwasu solnego 1:1 spektralnie cz. Wprowadzić następnie do próbki mieszadło wg rys. 2 tak, aby koniec jego sięgał około 1 cm od dna próbki. Uruchomić silniczek, włączając jednocześnie stoper. Następnie przesuwając próbkę wzdłuż osi mieszadła tak, aby wymieszać całość, po czym obniżyć próbkę do pierwotnego położenia. Mieszanie prowadzić przez 3 min, po czym próbkę z pró-

bką umieścić w kąpielu wodnej o temperaturze 70°C na 5 min. Z kolei próbkę przenieść do wirówki i wirować przez 30 min. (4 500 obr/min). Po uzyskaniu rozwarstwienia wprowadzić zamkniętą palcem pipetę (rys. 1) do warstwy kwasowej i po paru minutach odpipetować ostrożnie dolną warstwę do zlewki o pojemności 25 ml. Pobrać 2,5 ml ekstraktu dla wykonania oznaczania zawartości żelaza.

2.8.1.2. Ekstrakcja żelaza z oleju surowego.

Próbkę oleju surowego, w której ma być wykonane oznaczanie zawartości żelaza, należy uprzednio uwolnić od zanieczyszczeń lotnych. W tym celu należy próbkę oleju w zlewce ogrzewać na maszynie elektrycznej przez około 15 min w temperaturze około 140°C. Po ochłodzeniu oleju należy sporządzić odważki. Odważyć 30 g oleju surowego w próbce wirówkowej o pojemności 10 ml. Dodać następnie 15 ml kwasu solnego rozcieńczonego spektralnie czystego. Wprowadzić mieszadło i mieszać przez 15 min. Wirować następnie próbkę przez 15 min. Jeśli warstwy oleju i kwasu źle się rozdzielają ogrzewać próbkę przez 10 min w temperaturze 70°C i wirować następnie przez 15 min. Odpipetować dolną warstwę kwasową do zlewki o pojemności 100 ml. Powtórzyć ekstrakcję jeszcze dwukrotnie, dodając za każdym razem do oleju po 15 ml kwasu solnego.

Połączone ekstrakty przesączyć przez wypłukany uprzednio kwasem sączek do kolby pomiarowej o pojemności 50 ml. Popłukać zlewkę kilkakrotnie wodą. Uzupełnić kolbę wodą do kreski i wymieszać.

2.8.2. Wykonanie oznaczania zawartości żelaza w ekstrakcie uzyskiwanym z oleju rafinowanego i surowego. Do kolbki pomiarowej pojemności 25 ml pobrać pipetą pomiarową roztwór uzyskany przez ekstrakcję oleju kwasem solnym. W przypadku olejów rafinowanych należy pobrać 2,5 ml, w przypadku olejów surowych 5 ml. Do kolby dodawać następnie odczynniki w sposób podany przy sporządzaniu krzywej wzorcowej.

Jednocześnie przygotować ślepą próbę ze wszystkich używanych odczynników.

Jeśli roztwór nie jest klarowny, przefiltrować przez suchy, myty kwasem sączek. Mierzyć absorpcję ślepej próby i badanych roztworów wobec wody jako odnośnika.

Przy obliczeniach odjąć absorpcję ślepej próby od absorpcji próby badanej. Odczytać z wykresu zawartość żelaza odpowiadającą zmierzonej absorpcji.

Jeśli do oznaczania pobrana zostanie większa niż 5 ml ilość próbki należy odpowiednio zwiększyć ilość dodanego amoniaku stężonego cz.d.a., aby zachować pH roztworu powyżej 9.

2.9. Obliczanie wyników. Zawartość żelaza w miligramach na 1 kg badanego produktu obliczyć wg następujących wzorów:

- zawartość żelaza w oleju rafinowanym

$$X_1 = \frac{1,25 \cdot a}{b}$$

- zawartość żelaza w oleju surowym

$$X_2 = \frac{41,67 \cdot a}{b}$$

w których:

a - odczytana z krzywej wzorcowej zawartość żelaza w mg/l,

b - ilość ml ekstraktu pobrana do oznaczania.

Każdorazowo po pomiarze absorpcji zarówno roztworów badanych jak i wzorcowych należy starannie wypłukać kuwetę wodą redestylowaną. Roztwory powinny znajdować się w kuwecie wyłącznie w czasie pomiaru.

2.10. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń różniących się nie więcej niż o 0,07 mg żelaza na 1 kg oleju ciekłego rafinowanego i o 1,1 mg żelaza na 1 kg oleju surowego. Wyniki należy zaokrąglić dla oleju rafinowanego do drugiego miejsca po przecinku, a dla oleju surowego - do pierwszego miejsca po przecinku wg PN-70/N-02120. Metoda Z.

Średnie wyników dwóch równoległych oznaczeń wykonanych w różnych laboratoriach nie powinny różnić się więcej niż o 0,1 mg/kg dla oleju rafinowanego i 1,5 mg/kg - dla oleju surowego.

K O N I E C