

PRODUKTY PRZEMYSŁU OLEJARSKIEGO	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-71
	Metody badań cech fizyko- chemicznych ziemi bielącej do rafinacji olejów jadalnych	8054-03
		Grupa katalogowa XII 68

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie zawartości substancji lotnych łącznie z wodą, kwasowości, zdolności odbarwiającej (metoda I i II) i granulacji ziemi bielącej służącej do rafinacji olejów jadalnych.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę stosuje się przy kontroli produkcji oraz w obrocie handlowym krajowym i międzynarodowym.

Metodę I oznaczania zdolności odbarwiającej ziemi bielącej stosuje się w obrocie krajowym, a metodę II do odbioru ziemi bielącej importowanej z CSRS. Do odbioru ziemi bielącej z innych krajów można stosować metodę I lub II w zależności od uzgodnienia z dostawcą.

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-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowania próbek
 PN-58/C-04526 Określanie barwy za pomocą skali jodowej

2. METODA OZNACZANIA ZAWARTOŚCI SUBSTANCJI LOTNYCH ŁĄCZNIE Z WODĄ

2.1. Zasada metody polega na wagowym oznaczeniu substancji lotnych metodą suszarkową przez wysuszenie próbki w ciągu 3 godz w temperaturze $105 \pm 2^\circ\text{C}$ i na ich zważeniu.

2.2. Aparatura i przyrządy

- Suszarka elektryczna z automatyczną regulacją temperatury $\pm 2^\circ\text{C}$.
- Waga analityczna o czułości 0,001 g.
- Szalki Petriego o średnicy od 60 do 65 mm i o wysokości 20 mm.
- Eksykator z chlorkiem wapnia.

2.3. Wykonanie oznaczania. W wysuszonej do stałej masy szalce Petriego odważyć $5 \pm 0,5$ g z dokładnością do 0,001 g próbki ziemi bielącej pobranej wg PN-67/C-04500. Suszyć w temperaturze $105 \pm 2^\circ\text{C}$ w ciągu 3 godz, ochłodzić w eksykatorze i zważyć.

2.4. Obliczanie wyników. Ilość substancji lotnych (W) obliczyć w procentach wg wzoru

$$W = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100$$

w którym:

- m — masa badanej próbki, g,
 m_1 — masa badanej próbki po wysuszeniu, g.

2.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń. Różnica pomiędzy dwoma równoległymi oznaczeniami nie może być większa niż 0,2%. Dopuszczalna różnica między wynikami dwóch różnych laboratoriów 0,5%.

3. METODA OZNACZANIA KWASOWOŚCI

3.1. Zasada metody polega na oznaczaniu kwasowości przez wygotowanie próbki ziemi bielącej w wodzie i zmiareczkowaniu roztworu oraz wyrażeniu wyniku w procentach jako zawartość HCl.

3.2. Aparatura i przyrządy

- Waga analityczna o czułości 0,001 g.
- Mikrobiureta pojemności 10 ml, z podziałką co 0,1 ml.
- Sączki do osadów drobnoziarnistych.

3.3. Odczynniki

- Wodorotlenek sodowy, roztwór 0,01n.
- Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy 1-procentowy.

3.4. Wykonanie oznaczania. Do zlewki pojemności 400 ml odważyć około 10 g z dokładnością do 0,01 g ziemi bielącej pobranej zgodnie z PN-67/C-04500, wlać około 200 ml wody destylowanej

Zjednoczenie Przemysłu Olejarskiego

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Olejarskiego dnia 30 grudnia 1971 r. jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 lipca 1972 r. (Mon. Pol. nr 19/1972 poz. 118)

i gotować, mieszając około 5 min, począwszy od momentu wrzenia. Po ochłodzeniu, zawartość zlewki przenieść ilościowo do kolby pojemności 250 ml i przepłukać zlewkę wodą.

Kolbę dopełnić wodą do kreski. Całość przefiltrować przez lejek szklany z pofalowanym sączkiem. Pierwsze ilości przesącza około 5 ml odrzucić, a z filtratu pobrać 100 ml roztworu do kolby Erlenmeyera pojemności 250 ml i po dodaniu 3 ÷ 4 kropel fenoloftaleiny miareczkować z mikrobiurety 0,01n roztworem wodorotlenku sodowego do zmiany barwy na czerwoną.

3.5. Obliczanie wyników. Kwasowość (K) w przeliczeniu na HCl obliczyć w procentach wg wzoru

$$K = \frac{b \cdot 0,036465}{4}$$

w którym:

b — ilość zużytego ściśle 0,01n roztworu wodorotlenku sodowego, ml,

0,036465 — ilość kwasu odpowiadająca 1 ml 0,01n roztworu wodorotlenku sodowego, pomnożona przez 100, g,

4 — ilość ziemi bielącej, odpowiadająca 100 ml miareczkowanego filtratu, g.

3.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń. Różnica pomiędzy dwoma równoległymi oznaczeniami nie może być większa niż 0,1%. Dopuszczalna różnica między wynikami w dwóch różnych laboratoriach 0,2%.

4. METODA OZNACZANIA ZDOLNOŚCI ODBARWIAJĄCEJ

4.1. Metoda I

4.1.1. Zasada metody polega na oznaczaniu zdolności odbarwiającej ziemi bielącej na podstawie efektu odbarwiania odkwaszonego oleju wzorcowego i wyrażeniu wyniku różnicą stopni odbarwienia pomiędzy olejami przed i po bieleniu.

4.1.2. Aparatura i przyrządy

- Łażnia wodna.
- Kolba okrągłodenna, trójszyjna pojemności 500 ml.
- Mieszadło elektryczne o szybkości około 200 obrotów na min.
- Butla gazu obojętnego (CO_2 lub N_2).
- Termometr do 150°C .
- Kapilara szklana doprowadzająca gaz.
- Lejek szklany typ Tulipan.
- Zestaw do filtracji złożony z następujących elementów:
 - kolba ssawkowa pojemności 250 ml,
 - filtr Schotta 11G1,

- wodna pompka próżniowa,
- rurka szklana do przeciągania oleju.

4.1.3. Odczynniki

a) Olej wzorcowy do oznaczania — olej rzepakowy ciekły, odkwaszony i wysuszony o barwie w skali jodowej 45 lub 58 J/100 ml roztworu i zawartości mydeł nie przekraczającej 17,2 mg Na/kg.

b) Bibuła do sączenia.

4.1.4. Wykonanie oznaczania. Do okrągłodennej kolby trójszyjnej umieszczonej w łaźni olejowej odważyć 200 g oleju wzorcowego. W jednej z bocznych szyjek kolby umieścić termometr, a przez drugą przeprowadzić kapilarę sięgającą do dna kolby, którą jest doprowadzony gaz z butli. Włączyć dopływ gazu, uruchomić mieszadło i rozpocząć ogrzewanie oleju. Po ogrzaniu oleju do temperatury 90°C , nie przerywając mieszania i nie wyłączając dopływu gazu, wyjąć z zestawu termometr i przy użyciu lejka typ Tulipan dodać do oleju 1% badanej ziemi bielącej pobranej wg PN-67/C-04500 i z powrotem założyć termometr.

Kontakt oleju z ziemią utrzymywać przez 30 min w temperaturze $90 \div 95^\circ\text{C}$. Po upływie wymaganego czasu wyłączyć mieszanie i wyjąć termometr. Pokryć filtr Schotta dwoma wyciętymi sączkami z bibuły do sączenia, szczelnie przylegającymi do dna lejka. Zestaw ten połączyć z uruchomioną pompką wodną, a rurkę doprowadzającą olej zanurzyć w kolbie z olejem, pozostającym nadal w atmosferze gazu obojętnego, poprzez szyjkę, z której usunięto termometr. Pierwsze mętne porcje filtratu oddzielić, wymieniając w zestawie kolbę ssawkową na czystą, w której należy zbierać tylko klarowny przesącz.

4.1.5. Obliczanie wyników. W oleju wzorcowym, przed i po procesie bielenia badaną ziemią bielącą, oznaczyć barwę oleju wg PN-58/C-04526. Z uzyskanych wyników określić zdolność odbarwiającą badanej ziemi (S) w procentach wg wzoru

$$S = \frac{B_p - B_k}{B_p} \cdot 100$$

w którym:

- B_p — barwa wzorcowa przed odbarwieniem wyrażona w mg J/100 ml roztworu,
- B_k — barwa wzorcowa po odbarwieniu, wyrażona w mg J/100 ml roztworu.

4.1.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń. Różnica pomiędzy dwoma równoległymi oznaczeniami nie może być większa niż 6%. Dopuszczalna różnica między wynikami w dwóch różnych laboratoriach 10%.

4.2. Metoda II

4.2.1. Zasada metody polega na odbarwianiu ziemią bielącą w określonych warunkach. Za pomocą oleju wzorcowego wykonuje się pomiary ekstynkcji oleju wzorcowego przed i po bieleniu badaną ziemią i porównuje z ekstynkcją tego samego oleju przed i po bieleniu ziemią wzorcową.

4.2.2. Aparatura

a) Kolorymetr dwukomorowy z filtrem niebieskim o długości fali $350 \div 500$ nm.

b) Łaźnia olejowa o średnicy 210 mm, wysokości 100 mm z mieszadłem i termoregulatorem automatycznym, przykryta płytką z czterema otworami o średnicy 60 mm do wkładania zlewki o pojemności 160 ml z olejem sojowym. W każdej zlewce zamontowane jest czteroramienne mieszadło szklane, obracające się z szybkością 120 obr/min.

4.2.3. Odczynniki

a) Wzorcowa ziemia bieląca wg atestów Zakładów Chemicznych w Uści nad Labem (CSRS).

b) Wzorcowy przefiltrowany olej sojowy bez zanieczyszczeń mechanicznych wg wymagań normy czeskiej.

4.2.4. Wykonanie oznaczania. Pobrać 120 ml oleju sojowego wg PN-60/A-86910 do wysuszonej, wysokiej zlewki pojemności 150 ml i wstawić do zimnej łaźni olejowej. Po ogrzaniu oleju do 100°C dodać do oleju 5 g pobranej wg PN-67/C-04500 i przygotowanej wg PN-60/A-86911 próbki badanej ziemi bielącej i stale mieszać olej w zlewce, tuż nad dnem w ciągu około 30 min. Odbielony olej przefiltrować pod próżnią przez lejek Büchnera o średnicy 12 cm z sączkiem z bibuły do sączenia dla osadów drobnoziarnistych, następnie ochłodzić do 20°C i oznaczyć w kolorymetrze ekstynkcję oleju. W ten sam sposób przeprowadzić bielenie oleju sojowego wzorcową ziemią bielącą i również oznaczyć na kolorymetrze ekstynkcję oleju.

Za pomocą dwóch szklanych kuwet o grubości warstwy 20 mm, wypełnionych wodą destylowaną do kreski, ustalić położenie zerowe kolorymetru.

Następnie do prawej kuwety zamiast wody destylowanej wlać olej sojowy niebielony i odczytać ekstynkcję (E_z).

Ponownie skontrolować położenie zerowe kolorymetru poprzez wymianę kuwety z olejem na kuwetę z wodą destylowaną z tym, że położenie to musi być dokładnie takie samo jak przed pomiarem. W przypadku przesunięcia położenia zerowego pomiar należy unieważnić i powtórzyć. W podobny sposób zmierzyć ekstynkcję (E_o) oleju wybielonego badaną próbą ziemi i ekstynkcję (E_s)

oleju wybielonego wzorcową ziemią bielącą. Przy pomiarach należy stosować prąd stabilizowany.

4.2.5. Obliczanie wyników. Zdolność odbarwiająca (Z) obliczyć w procentach wg wzoru

$$Z = \frac{(E_z - E_o)}{E_z - E_s} \cdot 100$$

w którym:

E_z — ekstynkcja niebielonego oleju sojowego,

E_o — ekstynkcja oleju wybielonego badaną ziemią,

E_s — ekstynkcja oleju wybielonego wzorcową ziemią.

4.2.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń. Różnica pomiędzy dwoma równoległymi oznaczaniem nie może być większa niż 1%. Dopuszczalna różnica między wynikami w dwóch różnych laboratoriach 2%.

5. METODA OZNACZANIA GRANULACJI

5.1. Zasada metody polega na oznaczaniu granulacji przez przesianie badanej ziemi przez odpowiednie sита oraz na zważeniu pozostałości na sicie.

5.2. Przyrządy

a) Sita o wielkość oczek: 0,3, 0,2 i 0,088 mm.

b) Wytrząsarka pozioma.

5.3. Wykonanie oznaczania. Pobrać wg PN-67/C-04500 100 g ziemi bielącej z dokładnością do 0,1 g i wysypać na sito o największych oczkach, umieścić na wytrząsarce i wytrząsać w ciągu jednej godz z częstotliwością wynoszącą $160 \div 180$ wstrząsów w ciągu 1 min. Po zatrzymaniu urządzenia zebrać pędzlem pozostałość na sicie i zważyć w suchej, wytarowanej zlewce z dokładnością do 0,1 g. Opisanym sposobem przesiać przez pozostałe sита 2 pozostałe próbki, każda o wadze 100 g.

5.4. Obliczanie wyników. Odsiew (O) obliczyć w procentach wg wzoru

$$O = \frac{m_1}{m_2} \cdot 100$$

w którym:

m_1 — masa pozostałości na sicie po odsianiu, g,

m_2 — odważka ziemi, g.

5.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń. Dopuszczalna różnica między dwoma równoległymi wynikami w jednym laboratorium jak i między dwoma różnymi laboratoriami nie może być większa niż 7%.