

PRODUKTY PRZEMYSŁU OLEJARSKIEGO	N O R M A B R A N Ź O W A			
	Oleje roślinne bielone do uwodornienia			
	BN-87 8051-03			
	Zamiast BN-81/8051-03			
Grupa katalogowa 1262				

### 1. WSTĘP

Przedmiotem normy są oleje roślinne bielone przeznaczone do uwodornienia, a następnie do rafinacji na cele spożywcze.

### 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Podział.** Rozróżnia się następujące oleje roślinne bielone do uwodornienia: rzepakowy, sojowy, palmowy, z ziarn palmowych i słonecznikowych.

**2.2. Przykład oznaczenia** oleju rzepakowego bielonego do uwodornienia:

OLEJ RZEPAKOWY BIELONY DO UWODORNIEŃIA  
BN-87/8051-03

### 3. WYMAGANIA

Cechy	Wymagania				
	olej rzepakowy	olej sojowy	olej palmowy	olej z ziarn palmowych	olej słonecznikowy
Barwa:					
— w skali jodowej, mg jodu na 100 cm, nie więcej niż	35	16	nie normalizuje się	nie normalizuje się	16
— oznaczona spektrofotometrycznie barwa ogólna, nie więcej niż	250	100	nie normalizuje się	nie normalizuje się	100
Liczba kwasowa, mg KOH na 1 g produktu, nie więcej niż	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Zawartość substancji lotnych, % wag., nie więcej niż	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
Zawartość mydeł, mg sodu na 1 kg produktu, nie więcej niż	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Zawartość fosforu, mg fosforu na 1 kg produktu, nie więcej niż	40	40	nie normalizuje się	nie normalizuje się	20
Zawartość zanieczyszczeń nierozpuszczalnych, % wag., nie więcej niż	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Zawartość siarki ogółem, mg siarki na 1 kg produktu, nie więcej niż	10	nie normalizuje się	nie normalizuje się	nie normalizuje się	nie normalizuje się

Zgłoszona przez Instytut Przemysłu Mięsnego i Tłuszczowego  
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Przemysłu Mięsnego i Tłuszczowego dnia 16 marca 1987 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1987 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 11/1987, poz. 27)

#### 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Pakowanie, przechowywanie i transport — wg BN-75/8050-12.

#### 5. BADANIA

##### 5.1. Program badań

##### 5.1.1. Badania pełne obejmują:

- określanie barwy,
- oznaczanie liczby kwasowej,
- oznaczanie zawartości substancji lotnych,
- oznaczanie zawartości mydeł,
- oznaczanie zawartości fosforu,
- oznaczanie zawartości zanieczyszczeń nierozpuszczalnych,

g) oznaczanie zawartości siarki ogółem (tylko dla oleju rzepakowego).

Badania pełne należy wykonywać w przypadkach spornych albo na żądanie organów kontroli lub nadzoru.

##### 5.1.2. Badania niepełne obejmują:

- określanie barwy,
- oznaczanie liczby kwasowej,
- oznaczanie zawartości mydeł,

Badania niepełne należy wykonywać dla każdej partii produktu.

**5.2. Pobieranie próbek i przygotowanie próbki laboratoryjnej** — wg PN-85/A-86910.

##### 5.3. Opis badań

**5.3.1. Określanie barwy** — wg BN-86/8050-30 lub PN-84/C-04534/02.

**5.3.2. Oznaczanie liczby kwasowej** — wg PN-60/A-86921.

**5.3.3. Oznaczanie zawartości substancji lotnych** — wg PN-73/A-86912.

**5.3.4. Oznaczanie zawartości mydeł** — wg PN-70/A-86925.

**5.3.5. Oznaczanie zawartości fosforu** — wg PN-79/A-86930.

**5.3.6. Oznaczanie zawartości zanieczyszczeń nierozpuszczalnych** — wg PN-73/A-86931.

##### 5.3.7. Oznaczanie zawartości siarki

**5.3.7.1. Zasada oznaczania.** Metoda ta polega na rozłożeniu i zredukowaniu za pomocą niklu metalicznego w atmosferze azotu związków siarki, zawartych w olejach, do siarki dwuwartościowej.

Powstały siarkowodór zostaje zaadsorbowany przez roztwór wodorotlenku sodowego w acetonie i oznaczony przez miareczkowanie octanem rtęciowym wobec ditizonu.

##### 5.3.7.2. Odczynniki i roztwory

- Aceton ( $\text{CH}_3 \cdot \text{CO} \cdot \text{CH}_3$ ), cz.d.a.
- Nikiel metaliczny w postaci proszku.
- Kwas solny (HCl) cz.d.a.
- Roztwór kwasu solnego (HCl) w wodzie redetylowanej w stosunku 3:2.
- Roztwór wodorotlenku sodowego o  $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/dm}^3$ .

e) Roztwór wodorotlenku sodowego o  $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/dm}^3$ .

f) Roztwór octanu rtęciowego  $(\text{CH}_3\text{COO})_2 \text{Hg}$  o takim stężeniu, aby  $1 \text{ cm}^3$  roztworu odpowiadał około  $30 \mu\text{g}$  siarki.

Roztwór taki otrzymuje się poprzez rozpuszczenie  $0,2023 \text{ g}$  tlenku rtęciowego (HgO) w  $25 \text{ cm}^3$  2% wodnego roztworu kwasu octowego ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) i dopełnienie wodą redetylowaną do  $1000 \text{ cm}^3$ .

g) Alkohol izopropylowy  $(\text{CH}_3)_2 \text{CH} \cdot \text{OH}$  cz.d.a.  
h) Roztwór ditizonu (dwufenyloitiokarbazon  $\text{C}_6\text{H}_5\text{B:N} \cdot \text{CS} \cdot \text{NH} \cdot \text{NH} \cdot \text{C}_6\text{H}_5$ ):  $0,1 \text{ g}$  ditizonu rozpuścić w  $100 \text{ cm}^3$  acetonu cz.d.a.

i) Roztwór A:  $10 \text{ g}$  siarczku sodowego ( $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) rozpuścić w  $1000 \text{ cm}^3$  wody redetylowanej, po czym stężenie siarki określić jodometrycznie przy użyciu roztworu jodu o  $c(\text{J}_2) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$  i wyliczyć wg wzoru

$$\text{stężenie molowe } A = \frac{\text{liczba } \text{cm}^3 \text{ roztworu } \text{J}_2 \cdot \text{stężenie molowe roztworu } \text{J}_2}{\text{liczba } \text{cm}^3 \text{ roztworu } A} \quad (1)$$

j) Roztwór B: z roztworu A pobrać  $1 \text{ cm}^3$  i rozcieńczyć do  $100 \text{ cm}^3$  wodą redetylowaną.

Całą objętość roztworu B miareczkować roztworem octanu rtęciowego wg 5.3.7.2 f) wobec ditizonu wg 5.3.7.2 h) jako wskaźnika do zmiany zabarwienia roztworu z żółtego na różowe.

Z podanego niżej wzoru wyliczyć jakiej ilości siarki, wyrażonej w  $\mu\text{g}$ , odpowiada  $1 \text{ cm}^3$  roztworu octanu rtęciowego:

$$m = \frac{800 \cdot \text{stężenie molowe roztworu } A}{\text{liczba } \text{cm}^3 \text{ octanu rtęciowego}} \quad (2)$$

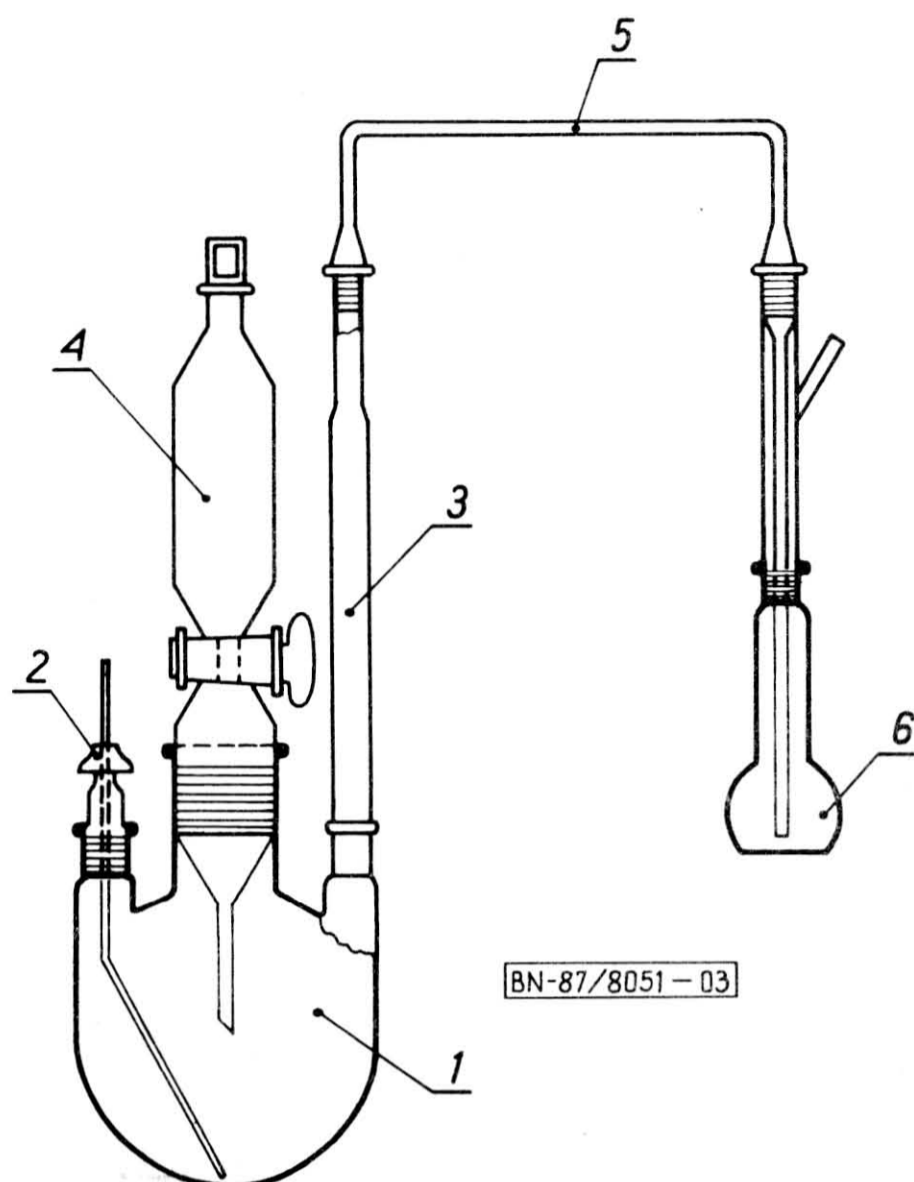
w którym  $m$  — ilość  $\mu\text{g}$  siarki równoważąca  $1 \text{ cm}^3$  roztworu octanu rtęciowego.

- Roztwór jodu o  $c(\text{J}_2) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$ .
- Skrobia rozpuszczalna cz.d.a. — 1% roztwór w wodzie redetylowanej.
- Azot sprężony z butli.

##### 5.3.7.3. Aparatura i przyrządy

- Zestaw szklany do oznaczania zawartości siarki w olejach, zgodnie z rysunkiem.
- Łaźnia wodna.
- Płuczka gazowa wypełniona stężonym HCl.
- Tryskarka z wodą redetylowaną.
- Biureta z podziałką co  $0,05 \text{ cm}^3$ .
- Cylindry pomiarowe pojemności  $10 \text{ cm}^3$ .
- Pipety z działką co  $0,05 \text{ cm}^3$ .
- Kolby pomiarowe pojemności  $100 \text{ cm}^3$  i  $1000 \text{ cm}^3$ .

**5.3.7.4. Wykonanie oznaczania.** Do trójszyjnej kolby reakcyjnej  $1$  odważyć  $0,2 \text{ g}$  sproszkowanego niklu oraz  $5 \div 50 \text{ g}$  badanego oleju. Następnie dodać  $10 \text{ cm}^3$  alkoholu izopropylowego, spłukując dokładnie resztki oleju ze ścianek kolby. Zawartość kolby starannie wymieszać i umieścić kolbę w łaźni wodnej o temperaturze  $75 \div 85^\circ\text{C}$ . Poszczególne elementy aparatury połączyć zgodnie z rysunkiem. Do rurki 2 podłączyć azot.



1 — torba reakcyjna trójszyjna, 2 — kapilara do przedmuchiwania azotem, 3 — nasadka łącząca, 4 — wkraplacz, 5 — łącznik, 6 — naczynie absorpcyjne

Szybkość przepływu azotu wyregulować na  $1 \div 2$  pęcherzyki na sekundę. W tych warunkach zachodzi trwający około 30 min proces odsiarczania próbki, podczas którego kolbę należy kilkakrotnie lekko wstrząsnąć. Po upływie 30 min do wkraplacza 4 wlać  $10 \text{ cm}^3$  kwasu solnego wg 5.3.7.2 d). Końcówkę 5 połączyć z naczyniem absorbującym 6, do którego uprzednio wprowadzić  $10 \text{ cm}^3$  wodorotlenku sodowego wg 5.3.7.2 e) i  $10 \text{ cm}^3$  acetonu oraz 2 krople ditizonu i 1 kroplę octanu rtęciowego. Roztwór w naczyniu absorpcyjnym powinien przybrać barwę blad różową. Następnie zmienić podawanie azotu, kierując go do kolby reak-

cyjnej 1 przez płuczkę wypełnioną stężonym HCl. Do tak przygotowanego zestawu, nie zmieniając sposobu ogrzewania, z wkraplacza 4 do kolby 1 dozować kroplami kwas solny rozcieńczony w stosunku 3:2. Całość utrzymywać w stanie lekkiego wrzenia przez 35 min, z tym, że po upływie 25 min zwiększyć nieco przepływ azotu. Po lekkim ochłodzeniu rozmontować zestaw i przepłukać wodą redestylowaną końcówkę 5 oraz części składowe naczynia absorpcyjnego, a wodę z przemycia przenieść do naczynia 6. Następnie do kolbki 6 dodać  $1 \div 2$  krople ditizonu i miareczkować roztworem octanu rtęciowego do wyraźnego przejścia zabarwienia wskaźnika z żółtego na różowe.

Wykonać próbę odczynnikową przyjmując tok postępowania wg 5.3.7.4 (bez odważki oleju).

**5.3.7.5. Obliczanie wyniku oznaczania.** Zawartość siarki S wyrażoną w milimetrach na 1 kg oleju wyliczyć wg wzoru

$$S = \frac{(a - b) \cdot m}{g} \quad (3)$$

w którym:

- a* — objętość octanu rtęciowego zużyta do miareczkowania właściwej próbki,  $\text{cm}^3$ ,
- b* — objętość octanu rtęciowego zużyta do miareczkowania próbki odczynnikowej,  $\text{cm}^3$ ,
- m* — stężenie roztworu octanu rtęciowego wyrażające jakiej ilości S wyrażonej w  $\mu\text{g}$  odpowiada  $1 \text{ cm}^3$  tego roztworu (około  $30 \mu\text{g S/cm}^3$  octanu rtęciowego),
- g* — odważka badanej próbki oleju, g.

**5.3.7.6. Wynik końcowy oznaczania.** Jako wynik oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej 2 równoległych oznaczeń, różniących się nie więcej niż o 1 mg/kg.

**5.4. Ocena wyników badań.** Wartości liczbowe, występujące w normie oraz wyniki obliczeń należy interpretować zgodnie z PN-70/N-02120, Metoda Z.

**5.5. Ocena partii produktu.** Partię produktu należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli pobrane próbki po przeprowadzeniu badań dadzą wyniki zgodne z wymaganiami normy.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE

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

**2. Istotne zmiany w stosunku do BN-81/8051-03**

- a) wprowadzono wymagania dotyczące zawartości fosforu i siarki,
- b) zrezygnowano z tekstu na obecność olejków allillogorcycznych.

**3. Normy związane**

PN-85/A-86910 Tłuszcze roślinne jadalne. Pobieranie próbek i przygotowanie próbki laboratoryjnej

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

PN-60/A-86921 Tłuszcze roślinne. Metody badań. Oznaczanie liczby kwasowej

PN-70/A-86925 Tłuszcze roślinne jadalne. Metody badań. Oznaczanie zawartości mydeł w olejach ciekłych

PN-79/A-86930 Tłuszcze roślinne jadalne. Metody badań. Oznaczanie zawartości fosforu

PN-73/A-86931 Tłuszcze roślinne jadalne. Metody badań. Oznaczanie zanieczyszczeń nierozpuszczalnych

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

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

BN-75/8050-12 Tłuszcze roślinne jadalne. Pakowanie, przechowywanie i transport

BN-86/8050-30 Tłuszcze roślinne jadalne. Metody badań. Fotometryczne oznaczanie barwy ogólnej olejów

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