

Lab. Akkerbouw

1980-09-24

VERSLAG 80.45

Pr.Nr. 6.197.

Project: Normalisatie bemonsterings- en analysemethoden voor plantaardige en dierlijke oliën en vetten (NMI/ISO/IUPAC).

Onderwerp: Bepaling epoxygetal in dierlijke en plantaardige oliën en vetten.

Doel:

Ringtest ten behoeve van NEN 6345 door de NMI-werkgroep geoxydeerde vetten 370.02.008.

Samenvatting:

In ringtest monsters van de KvW-Nijmegen werd het epoxygetal bepaald volgens doc 370.02/80/14 4e concept NEN 6345.

Conclusie:

Er werden goede duplo's verkregen. De standaardreeks was lineair. In verband met de explosieve eigenschappen van picrinezuur moeten de nodige veiligheidsvoorzorgen in acht genomen worden.

Projectleider: B.G. Muuse. *GM.*

Auteur : M.L. Essers. *ME.*

Materiaal:

4 oliën en een standaard (cis 9.10 epoxystearinezuur) afkomstig van de Keuringsdienst van Waren te Nijmegen.

Methoden:

Alle monsters werden geanalyseerd volgens het 4e concept ontwerp NEN 6345 (zie bijlage I).

Enige wijziging was dat in plaats van in een reageerbuis rechtstreeks in een maatkolf werd afgewogen.

Resultaten:

De ijklijn werd in duplo uitgevoerd.

I Afgewogen 20,0 mg van standaard.

ml gepipetteerd uit standaardoplossing	absorptie	Epoxyzuurstof in mg
1	0,194	0,0082
2	0,364	0,0164
3	0,521	0,0246
4	0,650	0,0328
5	0,871	0,0410

II Afgewogen 19,5 mg van standaard.

ml gepipetteerd uit standaardoplossing	absorptie	Epoxyzuurstof in mg
1	0,184	0,0080
2	0,334	0,0160
3	0,505	0,0240
4	0,679	0,0320
5	0,864	0,0400

Zie voor geconstrueerde ijklijn bijlage II.

De bepalingen werden in duplo uitgevoerd.

	afgewogen (mg)	absorptie	epoxygetal in % ^m /m
monster I	410,6	0,242	0,0027
	426,4	0,243	0,0026
monster II	415,1	0,656	0,0073
	431,0	0,690	0,0074
monster III	161,7	0,410	0,0116
	170,9	0,432	0,0116
monster IV	415,6	0,015	0,0002
	416,6	0,019	0,0002

Opmerkingen betreffende de analysemethode.

5.4. Picrinezuur loste alleen in ethanol op als de ethanol werd verwarmd.

9.1 regel 1. Reageerbuis: Het monster kan beter rechtstreeks ingewogen worden in de maatkolf. Het kwantitatief overspoelen met pyridine gaat namelijk moeilijk.

regel 4. Precies 1 ml alcoholische picrinezuuroplossing. De 1 ml werd toegevoegd met behulp van een eppendorf pipet. Er moet echter steeds een nieuw tipje gebruikt worden daar het picrinezuur sterk aanhangt.

regel 5. Een bekerglas kan bij gebruik van reageerbuisjes, doch een waterbad lijkt een betere terminologie.

Moet na toevoegen van picrinezuur de buis (of maatkolf) direct in het kokend waterbad gezet worden of mag men ook wachten? Moet op de reageerbuis (maatkolf) een stop zitten als hij in het kokend waterbad staat? Stoppen kunnen geplaatst worden 2 min nadat de maatkolven in het kokend waterbad gezet zijn daar anders de stoppen eraf springen.

regel 8. Op welk moment moet gemeten worden. Is dit moment kritisch?

9.2 Wanneer is een monster donker gekleurd? Welke norm geldt hiervoor.

Opmerking: Gezien het explosieve karakter van picrinezuur dienen de nodige veiligheidsmaatregelen genomen te worden.

1. Picrinezuur mag niet uitdrogen.
2. Afvalresten van picrinezuur kunnen heftig reageren met andere chemicaliën in afvalvaten.

Verzendlijst:

Van Doesburgh, adj. directeur, sektorhoofd (3x), direktie VKA,
afdeling Akkerbouw (4x), leesportefeuille (4x), Humme, projectbeheer

Onderzoekingsmethoden voor plantaardige en dierlijke oliën en vetten - Bepaling van het epoxygetal

4e Concept
Ontwerp NEN 6345

Test methods for vegetable and animal oils and fats -
Determination of the epoxy-group oxygen.

januari 1980

1 Onderwerp

Deze norm beschrijft een methode voor de bepaling van het epoxygetal.

Opmerking

Voor algemene richtlijnen zie NPR 6300.

2 Toepassingsgebied

De norm is van toepassing bij het onderzoek van plantaardige en dierlijke oliën en vetten (inclusief verhitte oliën en vetten). De methode is in het bijzonder bedoeld voor de bepaling van gehalten van het epoxygetal tussen 0,001 en 0,05%.

3 Definitie

Epoxygetal: de hoeveelheid in het monster aanwezige epoxy-zuurstof, uitgedrukt in procenten (m/m) epoxy-zuurstof in het monster.

4 Beginsel

Het monster wordt opgelost in dibutylether. Na toevoeging van een alcoholische picrinezuuroplossing vormt zich bij aanwezigheid van epoxy-zuurstof een gekleurd reactieproduct, dat in basisch milieu een absorptiemaximum heeft bij 490 nm. De reactie wordt uitgevoerd bij 100 °C.

5 Reagentia

De reagentia en oplosmiddelen moeten van analysekwaliteit zijn, tenzij anders is vermeld.

Waarschuwing

Vrijwel alle hieronder te noemen reagentia zijn in meer of mindere mate giftig. Werk daarom in een zuurkast en vermijd ieder direct contact zowel met de reagentia als met het reaktiemengsel.

5.1 Dibutylether.

5.2 Pyridine.

5.3 Ethanol, 96 % (V/V).

- 5.4 Alcoholische picrinezuuroplossing, 0,25 M.
Los 5,73 g picrinezuur op in 100 ml ethanol.

Opmerking

Picrinezuur wordt vermengd met water geleverd i.v.m. het explosieve karakter van het droge picrinezuur.

- 5.5 Standaard epoxy-zuurstofoplossing.

Weeg ongeveer 20 mg methyl-cis-9,10-epoxystearaat of cis-9,10-epoxy-stearinezuur tot op 0,1 mg en los dit op in 100 ml dibutylether.
Maak deze oplossing in duplo.

Opmerking

Indien de zuiverheid van de standaard niet is opgegeven als 99 % of meer, moet het epoxy-zuurstofgehalte van de standaard worden bepaald met behulp van de IUPAC-methode voor de bepaling van het epoxy-zuurstofgehalte (IUPAC II.D.20 uit de 5e editie of IUPAC 2.251 uit de 6e editie).

6 Toestellen en hulpmiddelen

Gebruikelijke laboratoriumtoestellen en hulpmiddelen en in het bijzonder:

- 6.1 Spectrofotometer geschikt voor metingen bij 490 nm.
6.2 Cuvetten met een lichtweg van 1 ± 0.01 cm, voorzien van stop.
6.3 Reageerbuizen van 25 ml met ingeslepen stop.
6.4 Maatkolven van 25 ml.
6.5 Microburet of een (automatische) pipet van 1 ml.

7 Monstername

Verricht de monsterneming volgens NEN 6301.

8 Voorbehandeling van het monster

Indien het monster bij kamertemperatuur niet geheel is gesmolten, verwarm dan tot maximaal 10 °C boven de temperatuur waarbij dit wel het geval is. Wanneer het monster in vloeibare vorm niet helder is, filtreer dan door een kwalitatief, normaal filtrerend papierfilter, zo nodig onder toevoeging van watervrij natriumsulfaat. Zorg ervoor dat het monster tijdens deze behandeling geheel vloeibaar blijft.

9 Werkwijze

9.1 Analyse olie- of vetmonster.

Weeg 100-500 mg monster tot op 0,1 mg in een reageerbuis en los op in 8 ml dibutylether. Het ingewogen monster moet bij voorkeur 0,01 tot 0,05 mg epoxy-zuurstof bevatten. Voeg met behulp van de microburet of (automatische) pipet precies 1 ml alcoholische picrinezuuroplossing toe en plaats de buis gedurende 8 minuten in een bekeerglas met kokend water. Koel de buis af tot kamertemperatuur en spoel met behulp van 10 ml pyridine de inhoud van de buis kwantitatief over in een maatkolf van 25 ml. Vul aan met ethanol tot de streep en meet de absorptie bij 490 nm ten opzichte van een blanco-oplossing, die op dezelfde wijze is bereid met weglating van het olie- of vetmonster.

9.2 Correctie eigen kleur ten gevolge van verhitting.

Wanneer het monster ten gevolge van verhitting donker is gekleurd, moet de onder 9.1 gemeten absorptie worden gecorrigeerd voor de eigen kleur. Weeg ongeveer 500 mg monster tot op 0,1 mg in een reageerbuis (6.3) en los op in 25 ml dibutylether en meet de absorptie t.o.v. dibutylether bij 490 nm.

9.3 Bepaling ijklijn.

Pipetteer van beide standaard epoxy-zuurstofoplossingen resp. 1, 3 en 5 ml in verschillende reageerbuizen (6.3). Vul de buizen aan met dibutylether tot 8 ml en vervolg de analyse zoals beschreven is onder 9.1.

10 Berekening

10.1 Constructie ijklijn.

Bereken de hoeveelheid epoxy-zuurstof met de formule:

$$O = \frac{F \cdot V \cdot m_s}{100 V_0}$$

F is het epoxy-zuurstofgehalte van de standaard, in % (m/m);
voor F moet één van de volgende gehalten worden gehanteerd:
5,13 % indien methyl-cis-9,10-epoxystearaat als standaard wordt
gebruikt;

5,37 % indien cis-9,10-epoxystearinezuur als standaard wordt
gebruikt;

het gehalte bepaald met de in 5.5 genoemde IUPAC-methode.

O is de hoeveelheid epoxy-zuurstof, in mg;

V is het gepipetteerde volume standaardoplossing, in ml;

V_0 is het totale volume van de standaardoplossing = 100 ml;

m_s is de inweeg van de standaard, in mg.

Zet voor de zes ijkpunten de gemeten absorptie en de hoeveelheid epoxyzuurstof op grafiekpapier tegen elkaar uit. Bepaal de ijklijn door een rechte lijn te trekken die zoveel mogelijk op de ijkpunten aansluit.

- 10.2 Berekening epoxygetal, niet gecorrigeerd voor de eigen kleur.
Bereken het epoxygetal met de formule!

$$E = \frac{100 \cdot O_m}{m}$$

waarin:

E is het epoxygetal : het percentage (m/m) epoxy-zuurstof van het monster;

O_m is de op basis van de ijklijn bij de gemeten of volgens 10.3 gecorrigeerde absorptie behorende hoeveelheid epoxy-zuurstof, in mg;

m is de inweeg, in mg.

Als het epoxygetal groter is dan 0,05 % moet de gehele bepaling worden herhaald met een lagere concentratie van het monster in dibutylether.

- 10.3 Berekening epoxygetal, gecorrigeerd voor de eigen kleur.
Corrigeer de absorptie met de formule

$$A_c = A_m - \frac{A_k \cdot m}{m_k}$$

waarin:

A_c is de gecorrigeerde absorptie;

A_m is de absorptie van het monster bepaald volgens 9.1;

A_k is de absorptie van het monster bepaald volgens 9.2;

m is de inweeg van het monster voor 9.1, in mg;

m_k is de inweeg van het monster voor 9.2, in mg.

Bereken nu het epoxygetal volgens 10.2.

11 Herhaalbaarheid

Het verschil tussen de uitkomsten van een bepaling in duplo, gelijktijdig of kort na elkaar door dezelfde persoon verkregen, mag niet groter zijn dan 5 % van de uitkomst, noch groter dan $2 \cdot 10^{-4}$ % (m/m) epoxy-zuurstof.

12 Verslag

Vermeld in het verslag:

- het epoxygetal als gemiddelde van twee bepalingen tot op 10^{-4} procent;
- de gevolgde methode door de vermelding : volgens NEN 6345.

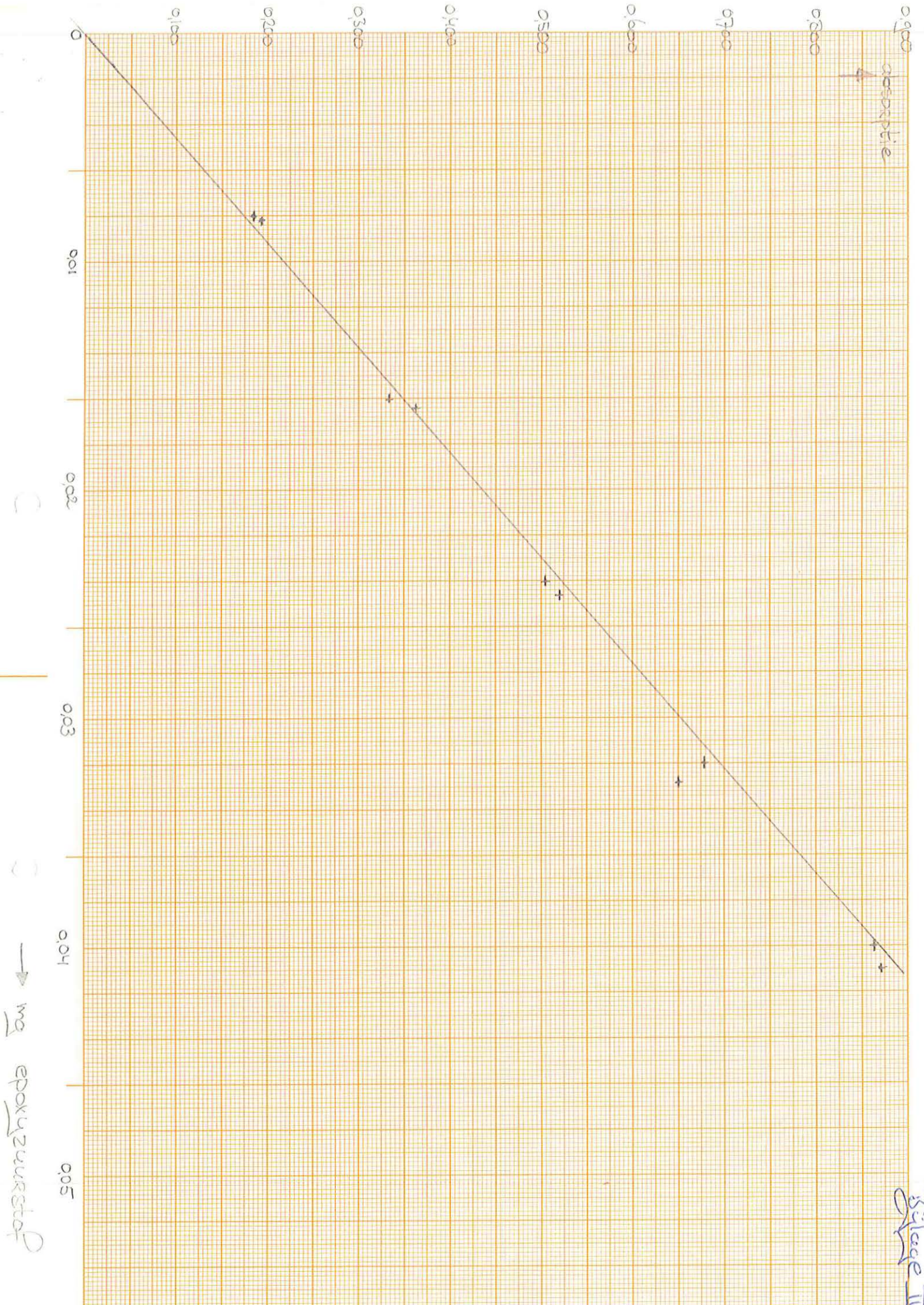
Titels van de vermelde normen

NPR 6300 Onderzoekingsmethoden voor plantaardige en dierlijke oliën en vette - Inleiding

NEN 6301 Plantaardige, dierlijke en synthetische oliën en vetten en daarvan afgeleide produkten - Monsterneming

IUPAC 2.251 - Standard methods for the analysis of oils, fats and soaps - Determination of the epoxy-group oxygen (= IUPAC II.D.20 uit de 5e editie).

absorption



Seite II