	Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd 50078.1 – Stanovení obsahu tuku (oleje) v olejnatých semenech	Vydání	1
		Revize	1

STANOVENÍ OBSAHU TUKU (OLEJE) V OLEJNATÝCH SEMENECH

1 Účel a rozsah

Postup specifikuje podmínky pro stanovení petroletherového extraktu zvaného obsah oleje v olejnatých semenech.

Poznámky

1 *Speciální semena, jako např. bavlníkové semeno, kopra, podzemnice olejná nebo palmojádra, vyžadují jiný přístup při přípravě zkušební vzorku. Podrobný postup úpravy pro tyto typy semen je popsán v ČSN EN ISO 659 Olejnatá semena – Stanovení obsahu oleje (Referenční metoda).*

2 Princip

Zkušební vzorek se extrahuje petroletherem za předepsaných podmínek. Obsah oleje se stanoví vážkově po následném oddestilování extrakčního činidla a vysušení získaného extraktu.

Definice výrazu obsah oleje je následující:

Jedná se o všechny látky vyextrahované za podmínek popsanych v této metodě a vyjádřené v hmotnostních procentech z produktu, tak jak byl obdržen, nebo z vyčištěných semen.


3 Chemikálie

Používají se chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

- 1 Petrolether, složený převážně z uhlovodíků se šesti uhlíkovými atomy, z nichž méně než 5 % destiluje při teplotě nižší než 40 °C a více než 95 % destiluje mezi (40 – 60) °C nebo mezi (50 – 70) °C, o bromovém čísle menším než 1. Odparek nesmí být větší než 2 mg na 100 ml rozpouštědla.
- 2 Písek mořský čištěný.

4 Přístroje a pomůcky

- 1 Extrakční přístroj vhodné konstrukce (např. dle Twisselmana) s extrakčními baňkami o objemu 250 ml.
- 2 Extrakční patrony, prosté látek rozpustných v petroletheru.
- 3 Elektricky vyhřívané topné hnízdo.

 Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský	Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd 50078.1 – Stanovení obsahu tuku (oleje) v olejnatých semenech	Vydání	1
		Revize	1

- 4 Skleněné varné kuličky, tukuprosté.
- 5 Vata obvazová, odtučněná.
- 6 Analytické váhy s přesností nejméně 0,001 g.
- 7 Elektrická sušárna s teplotní regulací.
- 8 Exsikátor, obsahující účinnou vysoušecí látku.
- 9 Hmoždířový mlýn (např. Retsch RM 200).

5 Postup

5.1 Příprava zkušebního vzorku

V souladu s požadavky zadání se použije k rozboru analytický vzorek tak, jak byl získán, případně po odstranění nečistot. Stanoví se obsah vlhkosti ve vzorku. Pokud je vlhkost dodaného laboratorního vzorku nižší než 10 %, vzorek se podle typu semene pomele na vhodném laboratorním mlýnku. Podrobný postup mletí je popsán v JPP Úprava vzorků krmiv a rostlinného materiálu, kap. 5.7, postup 60130.1 Úprava vzorků olejnin.

Pokud je vlhkost dodaného laboratorního vzorku vyšší než 10 %, vzorek se nejprve předsuší v sušárně při teplotě nepřevyšující 80 °C tak, aby jeho vlhkost klesla pod 10 %. Částečně vysušený vzorek se před další úpravou skladuje ve vzduchotěsné nádobě. Vlhkost částečně vysušeného zkušebního vzorku a původního vzorku se stanoví metodou uvedenou v postupu 50010.1 Stanovení obsahu vlhkosti a výsledky se vezmou v úvahu při konečném výpočtu (bod 6.4).


Postup pro slunečnicová semena je odlišný od jiných semen. Mimo běžně prováděného stanovení vlhkosti a obsahu těkavých látek v celých semenech (U_1) je nutné stanovit navíc i obsah vlhkosti a těkavých látek v pomletém semeni slunečnice (U_2) a toto pak vzít v úvahu při výpočtu obsahu oleje v produktu tak, jak byl obdržen (bod 6.2).

Poznámky

- 2 *Pokud byly ze vzorku odstraněny velké hrubé nečistoty, musí se tato úprava zohlednit při výpočtu (bod 6.3).*
- 3 *Pokud se má vyextrahovaný olej použít pro další stanovení, např. obsahu mastných kyselin, musí být zahájena extrakce do 30 min od pomletí.*

5.2 Extrakce

Naváží se 5 g pomletého vzorku s přesností nejméně 0,001 g, kvantitativně se převede do extrakční patrony a utěsňuje se smotkem vaty.

 Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský	Národní referenční laboratoř	Strana	3
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd 50078.1 – Stanovení obsahu tuku (oleje) v olejnatých semenech	Vydání	1
		Revize	1

Současně se vysuší extrakční baňka s varnými kuličkami při 105 °C po dobu 30 min. Poté se vychladí v exsikátoru a zváží s výše uvedenou přesností. Do takto připravené extrakční baňky se přidá potřebné množství petroletheru (1). Vše se umístí do extrakčního přístroje.

Celková doba extrakce je 8 h a je rozdělena do 2 kroků.

První extrakce probíhá 4 h. Extrakční baňka se zahřívá tak, aby rychlost kondenzace extrakčního rozpouštědla byla nejméně 3 kapky za sekundu (tzn. mírný, ne prudký var). Po uplynutí uvedené doby se extrakce přeruší, extrakční přístroj se nechá vychladnout. Extrakční patrona se vyjme z extrakčního přístroje a postaví se do proudu vzduchu, aby došlo k odpaření rozpouštědla.

Obsah extrakční patrony se rozetře v hmoždířovém mlýnku. Po uvedení mlýnku do chodu, se nejprve nadávkuje 1 lžička mořského písku (2) a ihned poté se nasype vzorek z extrakční patrony. Vzorek řepky se roztírá po dobu 2 min, vzorky ostatních olejnin po dobu 1 min. Poté se směs převede zpět do extrakční patrony. K odstranění zbytku částic semene z misky přístroje se použije příslušný smotek vaty, který se vrátí zpět do patrony.

Patrona se umístí do extrakčního přístroje a vzorek se extrahuje další 4 h do téže extrakční baňky, obsahující již prvou část extraktu. Po uplynutí uvedené doby se extrakce přeruší.

V extrakčním přístroji se oddestiluje převážná část petroletheru. Zbytek rozpouštědla se odstraní proudem vzduchu nebo tak, že se baňka opatrně položí na podložku stolu a horké rozpouštědlo samovolně odtéká. Poslední stopy rozpouštědla se odstraní zahříváním extrakční baňky 1,5 h v sušárně při 105 °C. Baňka se získaným extraktem se pak nechá vychladnout v exsikátoru minimálně 1 h a zváží se s přesností nejméně na 0,001 g.

Poznámky

- 4 Pokud se v chladiči extrakčního přístroje objeví stopy vlhkosti, musí se mezi jednotlivými extrakcemi chladič promýt ethanolem a poté petroletherem.
- 5 V případě potřeby lze urychlit vysušení extrakční patrony po první extrakci tak, že částečně vysušenou patronu umístíme do sušárny a při teplotě 50 °C sušíme po dobu 20 min.


6 Výpočet a vyjádření výsledků

Obsah oleje se vypočítá, s ohledem na provedené úpravy během přípravy zkušební vzorku, podle níže uvedených vztahů.

6.1 Výpočet obsahu oleje ve vzorku, tak jak byl obdržen (kromě slunečnicového semene)

Obsah oleje w , vyjádřený v hmotnostních procentech produktu tak, jak byl obdržen, se vypočítá podle vztahu

$$w = \frac{m_2}{m_1} \times 100$$

 Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský	Národní referenční laboratoř	Strana	4
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd 50078.1 – Stanovení obsahu tuku (oleje) v olejnatých semenech	Vydání	1
		Revize	1

kde m_1 je hmotnost zkušebního vzorku v g,
 m_2 hmotnost vysušeného extraktu v g.

6.2 Výpočet obsahu oleje ve vzorku, tak jak byl obdržen - slunečnicové semeno

Obsah oleje w pro slunečnicové semeno, vyjádřený v hmotnostních procentech produktu tak, jak byl obdržen, se vypočítá podle vztahu

$$w = \frac{m_2}{m_1} \times \frac{(100 - U_1)}{(100 - U_2)} \times 100$$

kde m_1 je hmotnost zkušebního vzorku v g,
 m_2 hmotnost vysušeného extraktu v g,
 U_1 hmotnostní procento vlhkosti a obsahu těkavých látek stanovených v celých semenech tak, jak byla obdržena (podle postupu 50010.1 Stanovení obsahu vlhkosti),
 U_2 hmotnostní procento vlhkosti a obsahu těkavých látek stanovených v rozemletém zkušebním podílu (podle postupu 50010.1 Stanovení obsahu vlhkosti).

6.3 Výpočet pro případ oddělení velkých, hrubých neolejnatých nečistot před analýzou

Obsah oleje w_n , vyjádřený v hmotnostních procentech produktu tak, jak byl obdržen, se vypočítá podle vztahu

$$w_n = w \times \left[\frac{100 - x}{100} \right]$$


kde w je hmotnostní procento oleje v semeni, vypočítané podle kapitoly 6.1 nebo 6.2,
 x hmotnostní procento předem oddělených velkých, hrubých neolejnatých nečistot z produktu, tak jak byl obdržen.

6.4 Obsah oleje vyjádřený přepočtem na jakoukoliv zadanou vlhkost

Je-li nutné převést obsah oleje, který byl stanoven při jedné vlhkosti vzorku na obsah při jiné vlhkosti vzorku, např. když byl analytický vzorek částečně předsušen před navážením zkušebního vzorku, provede se přepočet podle vztahu

$$w' = w \times \left[\frac{100 - U'}{100 - U} \right]$$

kde w je obsah oleje při vlhkosti a obsahu těkavých látek U ,
 w' obsah oleje při vlhkosti a obsahu těkavých látek U' .

 Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský	Národní referenční laboratoř	Strana	5
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd 50078.1 – Stanovení obsahu tuku (oleje) v olejnatých semenech	Vydání	1
		Revize	1

6.5 Vyjádření výsledků

Výsledek stanovení obsahu tuku (oleje) se udává jako průměr ze dvou paralelních stanovení za předpokladu, že je splněn požadavek na hodnotu opakovatelnosti. Není-li tento požadavek splněn, stanovení se opakuje na dalších dvou zkušebních podílech odebraných z čerstvě připraveného zkušební vzorku. Jestliže rozdíl i v tomto případě převyšuje hodnotu opakovatelnosti, vezme se jako výsledek aritmetický průměr z provedených čtyř stanovení. Maximální rozdíl mezi jednotlivými výsledky nesmí přesáhnout 1,50 % v absolutní hodnotě.

7 Literatura

- 1 ČSN EN ISO 659 Olejnatá semena - Stanovení obsahu oleje (Referenční metoda).