	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10050.1 – Stanovení obsahu nerozpustných nečistot v živočišných a rostlinných tucích a olejích	Vydání	1
		Revize	1

STANOVENÍ OBSAHU NEROZPUSTNÝCH NEČISTOT V ŽIVOČIŠNÝCH A ROSTLINNÝCH TUCÍCH A OLEJÍCH

1 Účel a rozsah

Metoda specifikuje podmínky pro stanovení obsahu nerozpustných nečistot v živočišných a rostlinných tucích a olejích.

2 Princip


Obsah nerozpustných nečistot se stanoví rozpuštěním vzorku v přebytku n-hexanu nebo petroletheru, filtrací získaného roztoku a zvážením vysušeného filtru s nerozpustnými nečistotami.

3 Chemikálie

- 1 Petrolether nebo n-hexan, destilující v rozsahu (30 – 60) °C, s bromovým číslem menším než 1. Pro obě rozpouštědla odparek nemá přesáhnout 2 mg/100 ml. Nebo diethylether bez obsahu peroxidů se zbytkem po odpaření maximálně 1 mg/100ml.
- 2 Křemelina čištěná, vyžíhaná; ztráta při 900 °C (červený žár) 0,2 %.

4 Přístroje a pomůcky

- 1 Elektrická sušárna s možností nastavení (103 ± 2) °C.
- 2 Kónická 250ml baňka se skleněnou zabroušenou zátkou.
- 3 Filtrační papír neobsahující popel, (maximální obsah popela 0,01 %), zadržovací schopnost 98 % pro částice velikosti větší než 2,5 mm nebo ekvivalentní skleněný filtr o průměru 120 mm a kovová (nejlépe hliníková) nebo skleněná nádoba s dobře těsnícím víkem. (Alternativa k (4) pro všechny produkty kromě kyselých olejů.)
- 4 Skleněný filtrační kelímek P16 (velikost pórů 10 μm až 16 μm), průměr 40 mm, objem 50 ml a odsávačka. (Alternativa k (3) pro všechny produkty včetně kyselých olejů.)
- 5 Zařízení pro filtraci za sníženého tlaku.
- 6 Extrakční zařízení vhodné konstrukce, extrakční patrony (tuby) a baňky.

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10050.1 – Stanovení obsahu nerozpustných nečistot v živočišných a rostlinných tucích a olejích	Vydání	1
		Revize	1

5 Postup


Do kónické baňky (2) se naváží přibližně 20 g zkušební vzorku s přesností 0,01 g.

Filtrační papír (3) a nádoba s víčkem nebo filtrační kelímek (4) se vysuší v sušárně (1) nastavené na 103 °C. Po vychladnutí v exsikátoru se zváží s přesností na 0,001 g.

Do baňky obsahující navážený vzorek se přidá 200 ml rozpouštědla (1), baňka se zazátkuje a protřepe. Pro ricinový olej může být množství rozpouštědla zvýšeno, aby se usnadnilo stanovení. Baňka se nechá stát při 20 °C po dobu 30 min.

Obsah baňky se zfiltruje přes vysušený a zvážený filtrační papír (3) ve vhodné nálevce nebo přes filtrační kelímek (4). Je-li to nutné, lze použít vakua (5). Filtrační papír (3) nebo kelímek (4) se promyje malým množstvím stejného rozpouštědla, jaké bylo použito na rozpuštění vzorku. Jestliže byl použit filtrační papír (3), vyjme se z nálevky, vloží do extrakční tuby a umístí se do extrakčního zařízení. Po dobu alespoň 1 h se extrahuje vhodným rozpouštědlem (1), až se odstraní veškerý zbývající tuk. Potom se filtrační papír vloží do předem zvážené nádoby s víčkem (3), nechá se volně odpařit většina rozpouštědla a poté se dokonale vysuší v sušárně (1) při 103 °C po dobu 1 h. Po vychladnutí v exsikátoru se uzavřená nádoba s filtračním papírem zváží s přesností na 0,001 g. Jestliže je k filtraci použit kelímek (4), nechá se většina zbývajícího rozpouštědla odpařit na vzduchu a odstranění rozpouštědla se dokončí v sušárně (1) při 103 °C. Po vychladnutí v exsikátoru se kelímek zváží s přesností na 0,001 g.

Pokud je požadováno stanovení obsahu organických nečistot, vloží se filtrační papír (3) obsahující nerozpustné nečistoty do spalovacího kelímku a vysuší se v sušárně 4 h při teplotě 105 °C. Po vychladnutí v exsikátoru se kelímek s filtračním papírem zváží s přesností na 0,001 g a vloží se do muflové pece, kde se spaluje asi 2 h při teplotě (500 ± 50) °C. Po vychladnutí v exsikátoru se zváží s přesností na 0,001 g. V případě, že se analyzují kyselé oleje, pokryje se skleněný kelímek křemelinou (3) podle následujícího postupu. Ve 100ml skleněné kádince se připraví suspence obsahující 2 g křemeliny (3) a přibližně 30 ml petroletheru (1). Směs se nalije do filtračního kelímku (4) při odsávání (5), aby vznikla vrstva křemeliny na skleněném filtru. Připravený suchý skleněný filtrační kelímek se vloží na 1 h do sušárny (1) při teplotě 103 °C. Po vychladnutí v exsikátoru se kelímek zváží s přesností na 0,001 g.

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	3
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10050.1 – Stanovení obsahu nerozpustných nečistot v živočišných a rostlinných tucích a olejích	Vydání	1
		Revize	1

6 Výpočet a vyjádření výsledku

6.1 Obsah nerozpustných nečistot

Obsah nerozpustných nečistot vyjádřený v % (X) se vypočte podle vztahu

$$X = \frac{100 \times (m_2 - m_1)}{m}$$

kde

m je hmotnost navážky zkušební vzorku v g,

m_1 hmotnost vysušené nádoby s víčkem a filtračním papírem nebo filtračního kelímku v g,

m_2 hmotnost vysušené nádoby s víčkem a filtračním papírem, obsahujícím vysušené nečistoty nebo filtračního kelímku s vysušenými nečistotami v g.

Výsledek stanovení se uvádí na dvě desetinná místa.

6.2 Obsah organických nečistot

Obsah organických nečistot vyjádřený v % (Y) se vypočte podle vztahu

$$Y = \frac{100 \times (m_2 - m_3)}{m}$$

kde

m je hmotnost navážky zkušební vzorku v g,

m_2 hmotnost vysušené nádoby s víčkem a filtračním papírem obsahujícím vysušené nečistoty nebo filtračního kelímku s vysušenými nečistotami v g,

m_3 hmotnost vysušené nádoby s víčkem a spáleným filtračním papírem s nečistotami nebo filtračního kelímku se spálenými nečistotami v g.