



Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej „Blachownia”
Zakład Analityczny
ul. Energetyków 9, 47-225 Kędzierzyn-Koźle

RAPORT Z BADANIA

nr B/328/2018/BA-AK

ZLECENIODAWCA:

Wielkopolskie Przedsiębiorstwo Przemysłu Ziemniaczanego S.A.
ul. Armii Poznań 49
62-030 Luboń
NIP: 777-00-03-067
(wystawienie faktury)

MIEJSCE DOSTAWY:

Wielkopolskie Przedsiębiorstwo Przemysłu Ziemniaczanego S.A.
Zakład Produkcyjny STAW/k. Wrześni
62-420 Strzałkowo

DATA I NR ZLECENIA: 05.12.2018, brak numeru nadanego przez Zleceniodawcę

TYTUŁ I CEL BADANIA:

**Oznaczenie zawartości grup adypinowych w acetylowanych
adypinianach diskrobiowych w dwóch próbkach skrobi:
LU-1422-1 produkcja 2018 oraz LU-1422-2 produkcja 2018,
metodą chromatografii gazowej.**

Nr egz.: 1

Kędzierzyn – Koźle
styczeń, 2019 r.

SPIS TREŚCI:

1	MATERIAŁ DO BADANIA	3
1.1	CHARAKTERYSTYKA	3
1.2	KODY PRÓBEK	3
2	TERMINY	3
2.1	DATA DOSTARCZENIA PRÓBEK	3
2.2	DATA ROZPOCZĘCIA CZĘŚCI EKSPERYMENTALNEJ	3
2.3	DATA ZAKOŃCZENIA BADANIA	3
3	METYDYKA BADANIA.....	3
3.1	CHARAKTERYSTYKA	3
3.2	APARATURA BADAWCZA.....	4
3.3	MATERIAŁY ODNIESIENIA	4
4	WYNIKI I ICH OMÓWIENIE.....	4
5	OŚWIADCZENIE	8

1 MATERIAŁ DO BADANIA

1.1 CHARAKTERYSTYKA

Materiał badawczy to trzy próbki stałe, białe w postaci proszku, dostarczone w zamykanej folii w ilości ok. 200 g każda.

1.2 KODY PRÓBEK

Lp.	Nazwa próbki	Kody próbki
1.	LU-1422-1 produkcja 2018	B/328/1/BA-AK/2018 B/635/BA-AD/18
2.	LU-1422-2 produkcja 2018	B/328/2/BA-AK/2018 B/636/BA-AD/18
3.	LU-1431 skrobia ziemniaczana (matryca)	B/328/3/BA-AK/2018

2 TERMINY

2.1 DATA DOSTARCZENIA PRÓBEK: 07.12.2018

2.2 DATA ROZPOCZĘCIA CZĘŚCI EKSPERYMENTALNEJ: 17.12.2018

2.3 DATA ZAKOŃCZENIA BADANIA: 28.12.2018

3 METODYKA BADANIA

3.1 CHARAKTERYSTYKA

Oznaczenie jakościowe grup adypinowych w acetylowanych adypinianach diskrobiowych

Badanie chromatograficzne wykonano w oparciu o procedurę własną BA-AK/PB-1 „Analiza jakościowa i ilościowa substancji chemicznych metodą chromatografii gazowej”.

Oznaczenie ilościowe grup adypinowych w acetylowanych adypinianach diskrobiowych

Badanie wykonano metodą chromatografii gazowej GC/FID w oparciu o normę: PN-EN ISO 11215 „Skrobia zmodyfikowana. Oznaczanie zawartości kwasu adypinowego w acetylowanych adypinianach dwuskrobiowych. Metoda chromatografii gazowej”.

Oznaczanie wilgotności próbek do badań

Badanie wilgotności próbek badawczych wykonano zgodnie z normą PN-EN ISO 1666 „Skrobia. Oznaczanie wilgotności. Metoda suszarkowa”.

3.2 APARATURA BADAWCZA

Analiza jakościowa i ilościowa grup adypinowych - chromatograf gazowy AT 7890A z detektorem płomieniowo-jonizacyjnym -FID (II/004/BA-AK); kapilarna kolumna chromatograficzna Elite-5 o długości 60 m, średnicy wewnętrznej 0,32 mm i grubości filmu 0,25 μm (II/058/BA-AA)

Oznaczanie wilgotności – komora klimatyzacyjna (II/052/BA-AD)

3.3 MATERIAŁY ODNIESIENIA

- kwas pimelinowy CAS: 111-16-0; IUPAC: kwas heptanodiowy
- kwas adypinowy CAS: 124-04-9; IUPAC: kwas heksano-1,6-diowy

4 WYNIKI I ICH OMÓWIENIE

Oznaczanie wilgotności

Oznaczenie wilgotności badanych próbek LU-1422 wykonano zgodnie z normą PN-EN ISO 1666. Oznaczenie powtórzono dwukrotnie dla każdej z próbek. Wyniki przedstawiono w *Tabeli 1*.

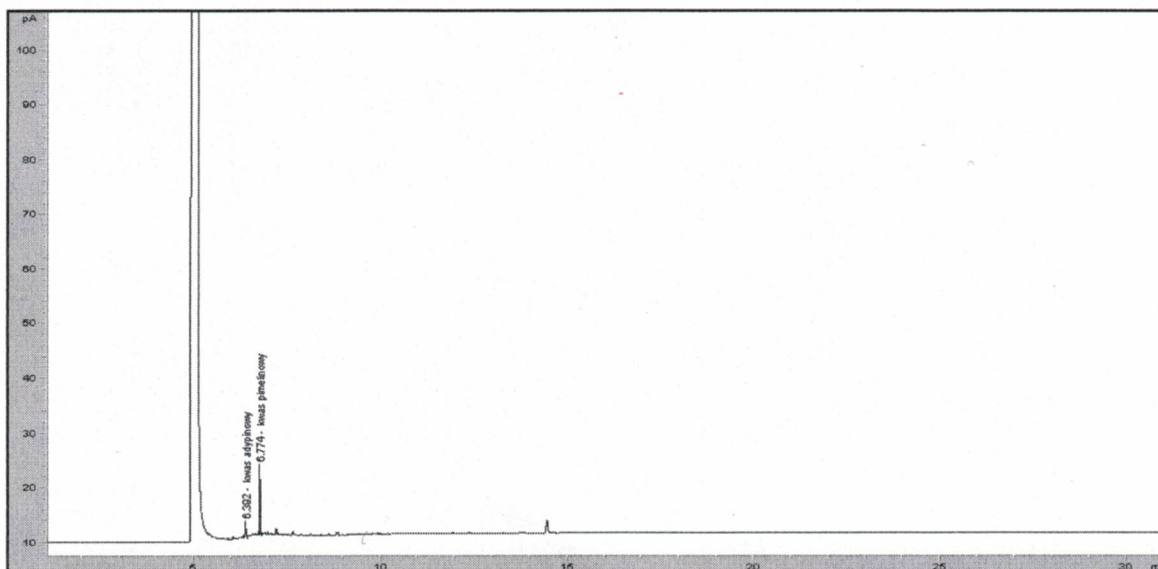
Tabela 1. Wilgotność badanych próbek.

Wilgotność (% m/m) – wynik końcowy	
LU-1422-1 produkcja 2018	LU-1422-2 produkcja 2018
17,0 ($\pm 0,1$)	15,7 ($\pm 0,1$)

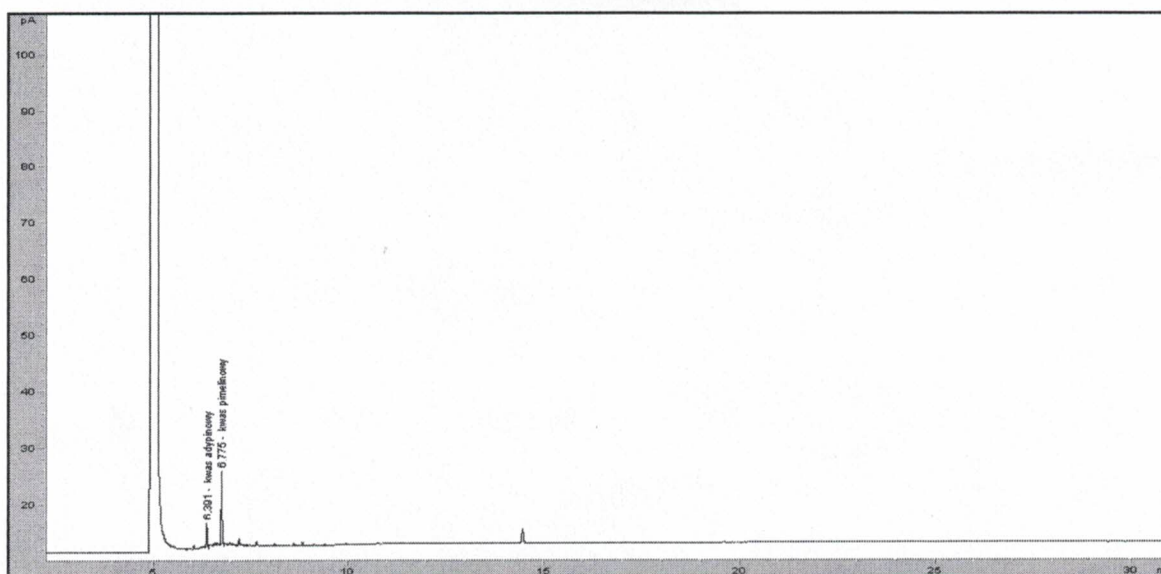
*w nawiasie podano rozrzut wyników.

Analiza jakościowa grup adypinowych

Na *Rysunku 1 i 2* przedstawiono przykładowe chromatogramy GC/FID badanych próbek skrobi: LU-1422-1 produkcja 2018 i LU-1422-2 produkcja 2018.



Rys. 1. Przykładowy chromatogram GC/FID badanej próbki LU-1422-1 produkcja 2018
Oznaczenie całkowitej zawartości kwasu adypinowego.

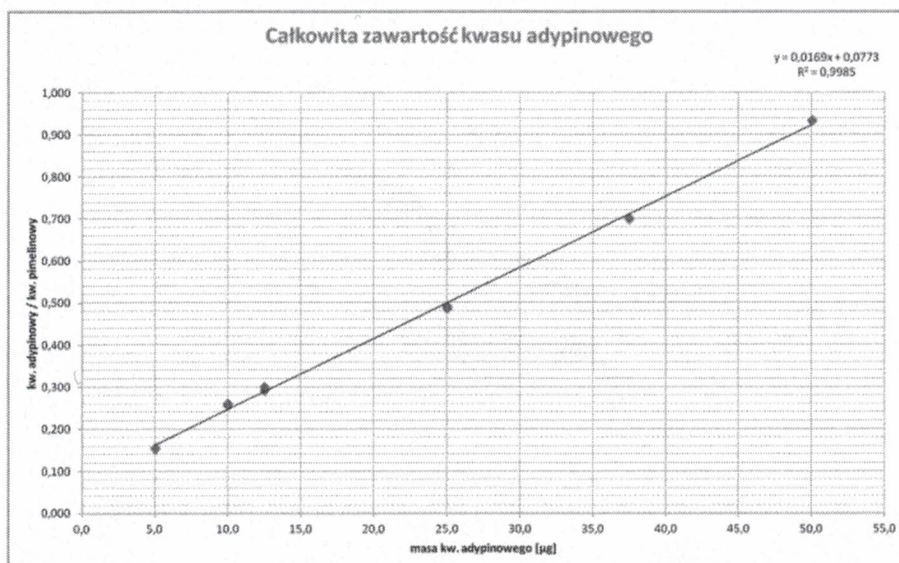


Rys. 2. Przykładowy chromatogram GC/FID badanej próbki LU-1422-2 produkcja 2018
Oznaczenie całkowitej zawartości kwasu adypinowego.

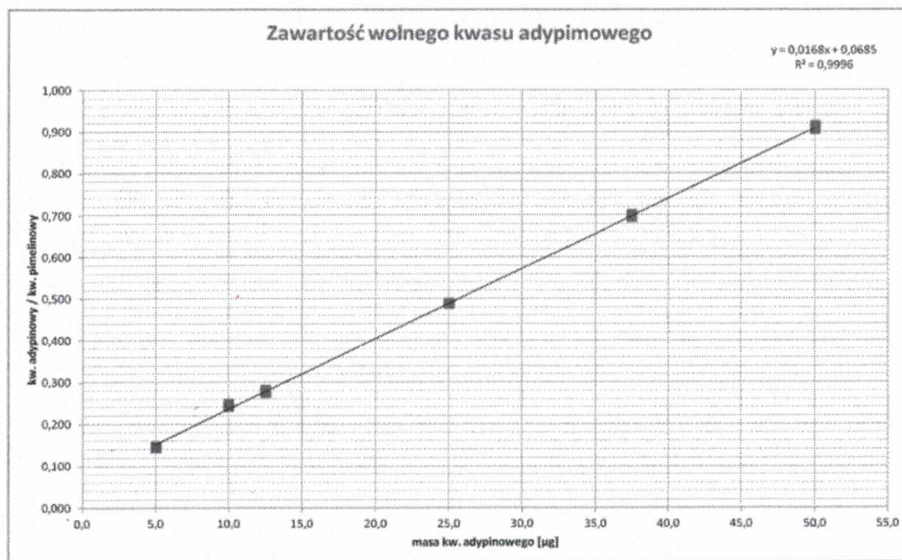
Analiza ilościowa grup adypinowych

Analizę ilościową wykonano metodą chromatografii gazowej GC/FID w oparciu o normę PN-EN ISO 11215.

W celu oznaczenia całkowitej zawartości kwasu adypinowego w badanych próbkach, sporządzono odpowiednią krzywą kalibracyjną. Podobnie postąpiono w celu oznaczenia zawartości wolnego kwasu adypinowego. Matrycę do sporządzenia krzywych kalibracyjnych stanowiła dostarczona przez Zleceniodawcę próbka skrobi ziemniaczanej LU-1431. Uzyskane krzywe kalibracyjne przedstawiono na *Wykresie 1 i 2*.



Wykres 1. Krzywa kalibracyjna - oznaczenie całkowitej zawartości kwasu adypinowego.



Wykres 2. Krzywa kalibracyjna - oznaczenie wolnego kwasu adypinowego.

Całkowitą zawartości kwasu adypinowego i zawartość wolnego kwasu adypinowego w badanych próbkach obliczono ze wzoru:

$$w_a = m_a/m * 100\% / (100\% - w_m)$$

gdzie:

w_a – zawartość kwasu adypinowego suchej masy próbki do badań, (mg/kg)

m_a – masa kwasu adypinowego odczytana z wykresu, (μ g)

m – masa próbki analitycznej, (g)

w_m – wilgotność próbki do badań, (% m/m)

Zawartość związanego kwasu adypinowego oblicza się odejmując zawartość wolnego, od całkowitej zawartości kwasu adypinowego.

Zawartość wolnego kwasu adypinowego oznaczono na poziomie poniżej zakresu sugerowanej krzywej kalibracyjnej. Jego szacunkowa zawartość w przypadku próbki LU-1422-1 produkcja 2018 wynosi **5,2** ($\pm 1,0$) mg/kg, natomiast dla próbki LU-1422-2 produkcja 2018 – **5,4** ($\pm 0,9$) mg/kg. Wartości te pominięto i nie obliczono zawartości związanego kwasu adypinowego w badanych próbkach.

Badanie powtórzono 3-krotnie dla trzech naważek badanej próbki skrobi. Otrzymane wyniki przedstawiono w Tabeli 2.

Tabela 2. Zawartość grup adypinowych w acetylowanych adypinianach diskrobiowych

Całkowita zawartość kw. adypinowego (mg/kg) – wynik końcowy	
LU-1422-1 produkcja 2018	LU-1422-2 produkcja 2018
229 (± 7)	347 (± 11)

*w nawiasie podano odchylenie standardowe.

5 OŚWIADCZENIE

Wyniki badania odnoszą się wyłącznie do badanych próbek. Za pobranie próbek do badania odpowiada Zleceniodawca. Raport z badania nr B/328/2018/BA-AK został sporządzony w liczbie 2 jednobrzmiących egzemplarzy:

Egz. 1 Wielkopolskie Przedsiębiorstwo Przemysłu Ziemniaczanego S.A.
Zakład Produkcyjny STAW/k. Wrześni
62-420 Strzałkowo

Egz. 2 Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej „Blachownia”,
Archiwum dokumentów Zakładu Analitycznego
ul Energetyków 9, 47-225 Kędzierzyn-Koźle

Powielanie raportu z badania w jakiegokolwiek formie, w całości lub w części dozwolone tylko za zgodą Kierownika Zakładu Analitycznego.

Wykonawcy:

1) dr Ewa Dresler	Laboratorium Chromatografii Gazowej i Kontroli Procesów BA-AK Zakład Analityczny ICSO „Blachownia	02.01.2019 E. Dresler (data, podpis)
2) mgr Marta Długosz	Laboratorium Chromatografii Gazowej i Kontroli Procesów BA-AK Zakład Analityczny ICSO „Blachownia	2.01.2019 Długosz (data, podpis)
3) mgr Beata Koreń-Szwarc	Laboratorium Fizykochemii BA-AD Zakład Analityczny ICSO „Blachownia	2.01.2019 K. Szwarc (data, podpis)

Kierownik Badania:

dr Ewa Dresler	Laboratorium Chromatografii Gazowej i Kontroli Procesów BA-AK Zakład Analityczny ICSO „Blachownia	02.01.2019 E. Dresler (data, podpis)
----------------	--	---

ZAKŁAD ANALITYCZNY
KIEROWNIK ZAKŁADU

Kierownik Zakładu Analitycznego:

2.01.2019 R. Kulesza
dr inż. Renata Kulesza
(data, podpis)