



Kędzierzyn-Koźle, 25.03.2022

**Łukasiewicz**

Instytut Ciężkiej  
Syntezy  
Organicznej  
BLACHOWNIA

**RAPORT  
Z BADANIA NR B/47/2022**

**ZLECENIODAWCA** : Wielkopolskie Przedsiębiorstwo Przemysłu Ziemniaczanego S.A  
Ul. Armii Poznań 49  
32-030 Luboń  
NIP: 777-00-03-067

**DATA I NUMER  
ZLECENIA** : 03.02.2022, brak numeru zlecenia nadanego przez  
Zleceniodawcę

**TYTUŁ BADANIA** : „Oznaczenie zawartości grup adypinowych w acetylowanych  
adypinianach diskrobiowych w dwóch próbkach skrobi:  
LU-1422-2, nr partii:02/25.01.2022 oraz LU-1422-2  
nr partii:04/26.01.2022, metodą chromatografii gazowej”.

Nr egz.: 1

## 1. MATERIAŁ DO BADANIA

Materiał badawczy to trzy próbki stałe, w postaci białego proszku, dostarczone w zamykanej folii w ilości około 150 g próbki badanej oraz około 180 g matrycy.

Lp.	Nazwa próbki	Kod próbki
1.	LU-1422-2, nr partii: 02/25.01.2022	B/47.1/BA-AA/2022
2.	LU-1422-2, nr partii: 04/26.01.2022	B/47.2/BA-AA/2022
3.	Skrobia ziemniaczana LU-1431-1 produkcja 2021 (matryca)	B/47.3/BA-AA/2022

## 2. TERMINY

Data wykonania badania: 07-25.03.2022

## 3. METODYKA BADANIA

### 3.1 CHARAKTERYSTYKA

#### Oznaczenie jakościowe grup adypinowych w acetylowanych adypinianach diskrobiowych

Badanie chromatograficzne wykonano w oparciu o procedurę własną BA-AK/SPO-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. Oznaczenie 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, wyposażony w automatyczny podajnik próbek; kapilarną kolumnę chromatograficzną Rtx-5 o długości 60 m, średnicy wewnętrznej 0,32 mm i grubości filmu 1  $\mu$ m.

### 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 BADANIA

### Oznaczenie wilgotności

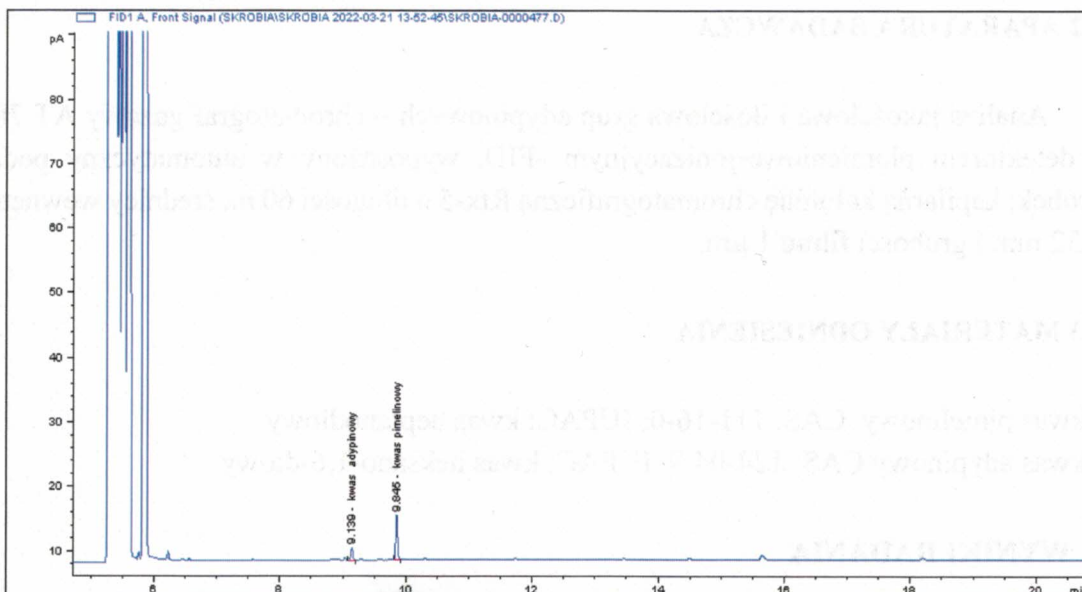
Oznaczenie wilgotności badanych próbek: „LU-1422-2, nr partii:02/25.01.2022” i LU-1422-2 nr partii:04/26.01.2022 wykonano zgodnie z normą PN-EN ISO 1666. Oznaczenie powtórzono trzykrotnie dla każdej z próbek. Wyniki przedstawiono w *Tabeli 1*.

*Tabela 1. Wilgotność badanych próbek*

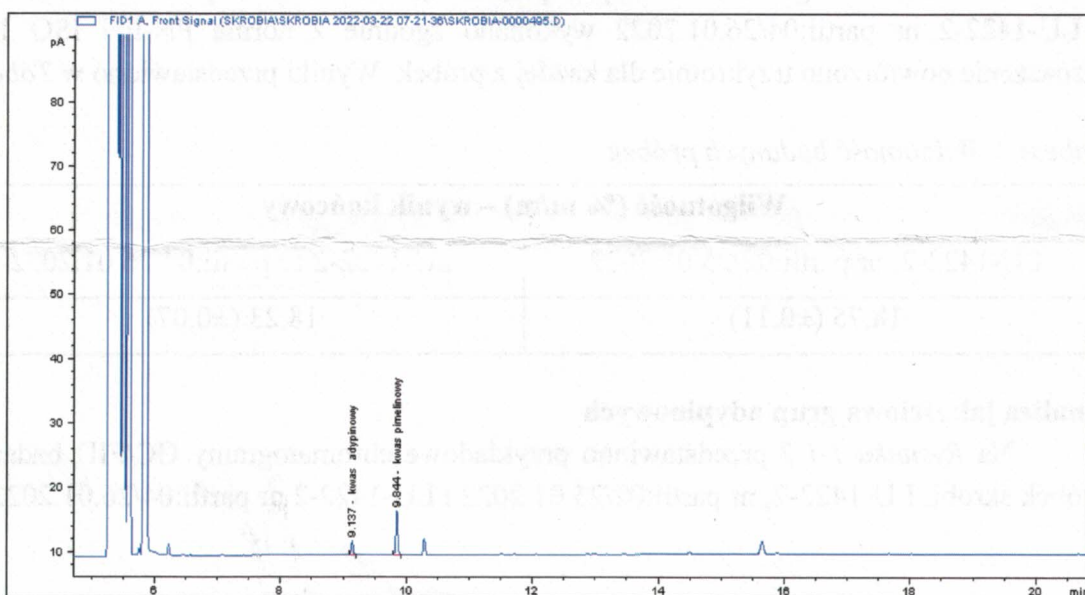
Wilgotność (% m/m) – wynik końcowy	
LU-1422-2, nr partii:02/25.01.2022	LU-1422-2 nr partii:04/26.01.2022
18,75 ( $\pm$ 0,11)	18,23 ( $\pm$ 0,07)

### Analiza jakościowa grup adypinowych

Na *Rysunku 1 i 2* przedstawiono przykładowe chromatogramy GC/FID badanych próbek skrobi: LU-1422-2, nr partii:02/25.01.2022 i LU-1422-2 nr partii:04/26.01.2022.



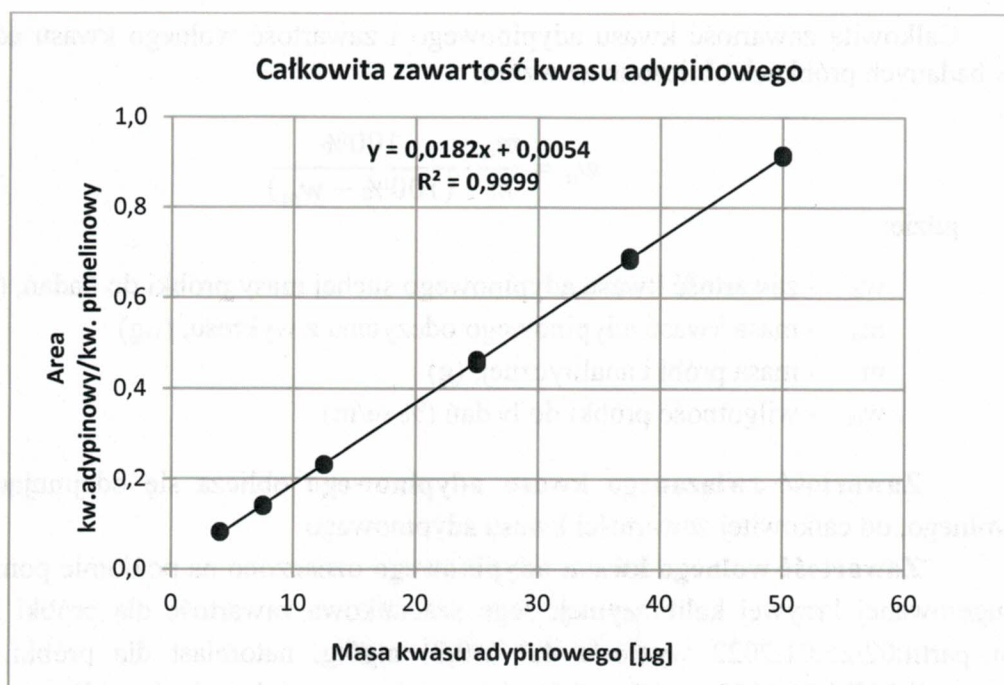
Rys.1. Przykładowy chromatogram GC/FID badanej próbki LU-1422-2, nr partii:02/25.01.2022. Oznaczenie całkowitej zawartości kwasu adypinowego.



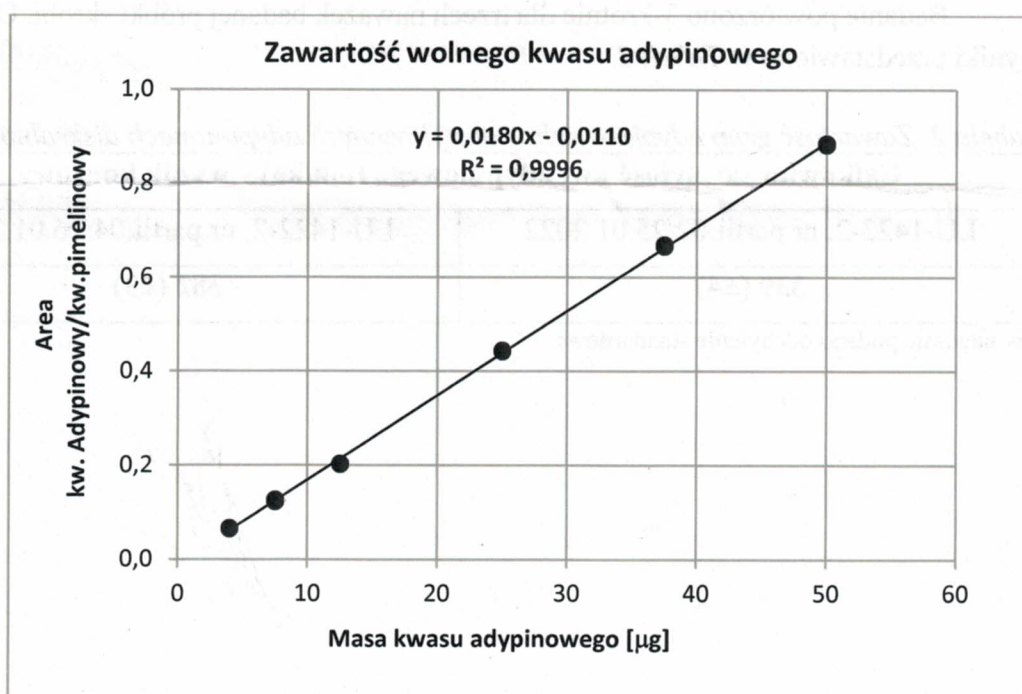
Rys.2. Przykładowy chromatogram GC/FID badanej próbki LU-1422-2, nr partii:04/26.01.2022. Oznaczenie całkowitej zawartości kwasu adypinowego

### 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. Matryce do sporządzenia krzywych kalibracyjnych stanowiła dostarczona przez Zleceniodawcę próbka skrobi ziemniaczanej LU-1431-1 produkcja 2021. 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 zawartość kwasu adypinowego i zawartość wolnego kwasu adypinowego w badanych próbkach obliczono ze wzoru:

$$w_a = \frac{m_a}{m} \cdot \frac{100\%}{(100\% - w_m)}$$

gdzie:

- $w_a$  - zawartość kwasu adypinowego suchej masy próbki do badań, (mg/kg)
- $m_a$  - masa kwasu adypinowego odczytana z wykresu, ( $\mu\text{g}$ )
- $m$  - 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 dla próbki LU-1422-2, nr partii:02/25.01.2022 wyniosła **4,3** ( $\pm 0,2$ ) mg/kg, natomiast dla próbki LU-1422-2 nr partii:04/26.01.2022 – **4,6** ( $\pm 0,1$ ). Wartości te pominięto i nie obliczano 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*

<b>Całkowita zawartość kw. adypinowego (mg/kg) – wynik końcowy</b>	
LU-1422-2, nr partii:02/25.01.2022	LU-1422-2, nr partii:04/26.01.2022
<b>339</b> ( $\pm 4$ )	<b>382</b> ( $\pm 3$ )

\* w nawiasie podano odchylenie standardowe

## 5. OŚWIADCZENIE

Wyniki badania odnoszą się wyłącznie do badanej próbki. Za pobranie próbki do badania odpowiada Zleceniodawca. Niniejszy raport sporządzony w liczbie dwóch jednobrzmiących egzemplarzy. Egzemplarz 1 otrzymuje Zleceniodawca. Egzemplarz 2 zostanie przekazany do Archiwum dokumentów Grupy Badawczej ANALITYKA Łukasiewicz - ICSO "Blachownia", gdzie będzie przechowywany przez okres 10 lat (do 2032 roku) pod numerem badania B/47/2022.

## 6. PERSONEL BADAWCZY

Badanie wykonano w Sieci Badawczej Łukasiewicz- Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej "Blachownia" w zakładzie Grupa Badawcza ANALITYKA.

Marta Długosz  
kierownik badania

25.03.2022 *M.D.*  
.....  
(data, podpis)

Maria Bartoszewicz

25.03.2022 *MB*  
.....  
(data, podpis)

**Lider Grupy Badawczej  
ANALITYKA  
Łukasiewicz - ICSO  
"Blachownia"**

Z-ca Lidera Grupy Badawczej  
Grupa Badawcza Analityka

25.03.2022 *I.S.*  
.....  
(data, podpis) Izabela Semenik