

lab. Akkerbouw

VERSLAG 81.08

Onderwerp: Onderzoek naar de stabiliteit  
van methylesters bij de bepaling van de  
vetzuursamenstelling van monsters  
botervet.

Pr.nr. 6.205      januari 1981

Lab. Akkerbouw, Oliën en Vetten.  
VERSLAG 81.08

Datum : Januari 1981  
Pr.nr.: 6.205

Project: Ontwikkeling methoden voor de bepaling van de vetzuursamenstelling van oliën en vetten.

Onderwerp: Onderzoek naar de stabiliteit van methylesters bij de bepaling van de vetzuursamenstelling van monsters botervet.

---

Doel:

Verbetering van de stabiliteit van de methylesters van botervet bereid volgens NEN 6302 sub 5.

Samenvatting:


Voor één botervetmonster werd de invloed nagegaan van natriumbisulfiet op de stabiliteit van de methylesters. Gedurende 3 dagen werd het verloop van de samenstelling gecontroleerd onder verschillende proefomstandigheden.


Conclusie:

De houdbaarheid van de methylesters is slecht. Er ontstaan verliezen van 15% of meer van het boterzuur binnen een dag tijd. Dit is te voorkomen door het monster met natriumbisulfiet te neutraliseren, waardoor verzeping wordt tegengegaan.

Ook is gebleken dat geen twee injecties uit één monsterflesje mogen worden gedaan, daar na de 1e injectie verlies optreedt van boterzure methylester.

---

Verantwoordelijk: B.G. Muuse 

Medewerkers/Samenstellers: H.J. v.d. Kamp, Th.C. Wolters 

### Inleiding:

De houdbaarheid van de methylesters is van belang bij de analyse van botervet met behulp van een automatisch injectiesysteem. Omdat één analyse ca. 75 min. duurt en de caroussel van het injectiesysteem 60 monsters kan bevatten kan het 3 dagen duren voor het laatste monster wordt geanalyseerd. Om deze reden zijn wat experimenten gedaan waarbij de houdbaarheid van de methylesters werd bekeken en in het bijzonder die van boterzuur.

### Apparatuur:

Gaschromatograaf: Varian 3700 met Varian automatisch injectiesysteem 8000.

Kolomvulling: 15% silar 9 CP op chromosorb WAW 100-120.

Kolomlengte: ca. 3 m ID 2,8 mm.

Temp.: 50-195°C.

Flow: 20 ml N<sub>2</sub>/min.

SP 4000 Dataverwerkingsysteem.

### Methoden:

De methylesters werden bereid volgens NEN 6302 en geanalyseerd volgens NEN 6334.

### Experimenten en resultaten:

Van één botervet werden 20 keer de methylesters bereid. Aan 10 van deze monsters werd ca. 1 gram natriumbisulfiet toegevoegd en nog 1 min. krachtig geschud. De monsters werden om en om in de caroussel van de automaat gezet en geanalyseerd. Nadat het laatste monster was geanalyseerd werd een tweede analyse met de flesjes uitgevoerd en bij sommige nog een derde.

De resultaten van het C<sub>4</sub>-(boterzuur) gehalte op vetzuur/vetzuur basis van de monsters die niet geschud zijn met bisulfiet staan in tabel 1, die wel geschud zijn met bisulfiet in tabel 2.

Tabel 1. Boterzuurgehalte van niet met bisulfiet behandelde monsters  
in % vetzuur/vetzuur

Monster nummer	1e injektie	analyse uit- gevoerd na	2e injektie	analyse uit- gevoerd na	3e injektie	analyse uit- gevoerd na
1	3,59	0 uur	2,77	25 uur	2,31	50 uur
3	3,49	2,5 "	2,71	27,5 "	2,31	52,5 "
5	3,27	5 "	2,68	30 "	2,25	55 "
7	3,22	7,5 "	2,66	32,5 "	2,30	57,5 "
9	3,17	10 "	2,78	35 "	2,39	60 "
11	2,96	12,5 "	2,62	37,5 "	2,21	62,5 "
13	3,01	15 "	2,60	40	2,34	65 "
15	2,95	17,5 "	2,75	42,5		
17	2,97	20 "	2,62	45		
19	3,07	22,5 "	2,75	47,5		

Tabel 2. Boterzuurgehalte van met bisulfiet behandelde monsters in  
% vetzuur/vetzuur

Monster nummer	1e injektie	analyse uit- gevoerd na	2e injektie	analyse uit- gevoerd na	3e injektie	analyse uit- gevoerd na
2	3,41	1,25 uur	3,13	26,25 uur	2,79	51,25 uur
4	3,51	3,75 "	3,21	28,75 "	2,75	53,75 "
6	3,37	6,25 "	3,23	31,25 "	2,80	56,25 "
8	3,42	8,75 "	3,17	33,75 "	2,72	58,75 "
10	3,49	11,25 "	3,21	36,25 "	2,95	61,25 "
12	3,37	13,75 "	3,10	38,75 "	2,63	63,75 "
14	3,44	16,25 "	3,14	41,25 "	2,81	66,25 "
16	3,54	18,75 "	3,33	43,75 "		
18	3,51	21,25 "	3,17	46,25 "		
20	3,48	23,75 "	3,28	48,75 "		

Bespreking van de resultaten:

1. Uit tabel 1 blijkt dat het C4 gehalte na 20 uur aanzienlijk gedaald is (ca. 15-20%).
2. Uit tabel 2 blijkt dat het C4 gehalte niet daalt nadat de monsters geneutraliseerd zijn met bisulfiet.  
Alle uitkomsten liggen binnen de toegestane analysespreiding.
3. Uit tabel 1 en 2 blijkt dat bij meerdere injecties uit één flesje verliezen aan C4 optreden. Dit komt waarschijnlijk doordat het septum de "vluchtige" vetzuren (vooral C4 en C6) absorbeert nadat het septum bij de eerste analyse is doorgeprikt door de naald van de automaat.

Conclusie:

De methylesters van botervet, bereid volgens NEN 6302 zijn goed houdbaar, mits de monsters geschud worden met natriumbisulfiet.

Bij automatisch injekteren mag slechts 1 maal uit het monsterflesje worden geïnjecteerd.

cc. directeur  
adj. directeur  
sektorhoofd (3x)  
directie VKA  
afdeling Akkerbouw (4x)  
leesportefeuille (5x)  
normalisatie  
projektbeheer