

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO I LEKKIEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-85
	Produkty tłuszczopochodne naturalne Tłuszcze techniczne zwierzęce topione rafinowane	8186-02
		Zamiast BN-69/8186-02
		Grupa katalogowa 1218

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są tłuszcze techniczne zwierzęce topione rafinowane, otrzymywane po rafinacji tłuszczów topionych rzeźnianych miękkich i twardych niższych gatunków, utylizacyjnych, pogarbarskich, kanałowych, kostnych i pożelatynowych.

Tłuszcze te pochodzą z jednego źródła lub mieszaniny różnych tłuszczów.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Tłuszcze techniczne zwierzęce topione rafinowane stosowane są do produkcji destylowanych kwasów tłuszczowych i gliceryny oraz mydeł, smarów itp.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Odmiany. W zależności od właściwości fizykochemicznych tłuszcze techniczne zwierzęce topione rafinowane dzieli się na dwie odmiany, oznaczone dużymi literami: A i B.

2.2. Przykład oznaczenia tłuszczu technicznego zwierzęcego topionego rafinowanego odmiany A:

TŁUSZCZ TECHNICZNY ZWIERZĘCY TOPIONY
RAFINOWANY A BN-85/8186-02

3. WYMAGANIA

Zestawienie wymagań — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Odmiany	
	A	B
1	2	3
a) Substancja rozpuszczalna w eterze, % (m/m), nie mniej niż	98	98
b) Zanieczyszczenia mechaniczne, % (m/m)	nieobecne	nieobecne
c) Liczba kwasowa, nie większa niż	100	100
d) Liczba zmydlenia, nie mniej niż	190	185
e) Barwa tłuszczu stopionego wg skali jodowej mg J ₂ /100 ml, nie więcej niż	130	489

cd. tabl. 1

Wymagania	Odmiany	
	A	B
1	2	3
f) Azot w przeliczeniu na białko, % (m/m), nie więcej niż	0,3	0,3
g) Kwasy nieorganiczne	nieobecne	nieobecne
h) Temperatura krzepnięcia wydzielonych kwasów tłuszczowych, °C, nie mniej niż	36	34
i) Zawartość kwasów tłuszczowych i żywicznych, % (m/m), nie mniej niż	93	93
j) Liczba jodowa, nie więcej niż	55	65

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Tłuszcze techniczne zwierzęce topione rafinowane należy pakować w czyste cysterny żelazne aluminiowe, zaopatrzone w sprawne elementy grzejne. Dopuszcza się również, za zgodą odbiorcy, pakowanie tłuszczu w czyste, suche i szczelne bębny żelazne ocynkowane pojemności 200 l wg BN-76/5046-01.

Na każdym opakowaniu należy umieścić zgodnie z PN-85/O-79252 napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.2,
- numer partii lub cysterny,
- wagę netto i brutto,
- datę produkcji i wysyłki,
- znak KT.

4.2. Przechowywanie. Tłuszcze techniczne topione rafinowane należy przechowywać w czystych i suchych zbiornikach zamkniętych, zaopatrzonych w węzownice grzejne (korzystne jest utrzymywanie w nich „poduszki“ z gazu obojętnego) lub w opakowaniach wysyłkowych bębnowych cysternach. Tłuszcz nie powinien być przechowywany dłużej niż 1 miesiąc ze względu na zachodzące w nim niekorzystne zmiany chemiczne (ciemnienie, oksydacja itp.) lub w przypadku stosowania „poduszki“ z gazu obojętnego dłużej niż 2 miesiące.

Zgłoszona przez Instytut Chemii Przemysłowej
Ustanowiona przez Ministra Przemysłu Chemicznego i Lekkiego dnia 19 lipca 1985 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1986 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 9/1986 poz. 17)

4.3. Transport. Tłuszcze techniczne zwierzęce topione rafinowane mogą być przewożone w cysternach kolejowych, samochodowych lub pakowane w bębny dostępnymi środkami lokomocji do pełnego wykorzystania ich nośności z zachowaniem wymagań zawartych w 4.1. Przy przewozie bębnow koleją ułożenie i zabezpieczenie ładunku powinno być zgodne z Przepisami o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej¹⁾. W transporcie samochodowym produkt w beczkach należy ładować zgodnie z Instrukcją o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep¹⁾. Tłuszcze w transporcie nie są niebezpieczne.

5. BADANIA

5.1. Program badań — wg tabl. 2.

Tablica 2

Rodzaje badań	Program badań		Wymagania wg
	pełne	niepełne	
I	2	3	4
a) Oznaczanie substancji rozpuszczalnej w eterze	+	+	3a)
b) Sprawdzenie nieobecności zanieczyszczeń mechanicznych	+	+	3b)
c) Oznaczanie liczby kwasowej	+	+	3c)
d) Oznaczanie liczby zmydlenia	+	-	3d)
e) Oznaczanie barwy tłuszczu stopionego	+	+	3e)
f) Oznaczanie białka	+	-	3f)
g) Sprawdzenie nieobecności kwasów nieorganicznych	+	+	3g)
h) Oznaczanie temperatury krzepnięcia wydzielonych kwasów tłuszczowych	+	+	3h)
i) Oznaczanie zawartości kwasów tłuszczowych i żywicznych	+	+	3i)
j) Oznaczanie liczby jodowej	+	-	3j)
Znak + oznacza badanie, które należy wykonać. Znak - oznacza badanie, którego się nie wykonuje.			

Badania pełne należy wykonać w przypadku sporu, na żądanie organów kontroli i nadzoru, na żądanie odbiorcy lub przy okresowej kontroli produkcji, która powinna być wykonywana co najmniej raz na kwartał.

Badania niepełne należy wykonywać dla każdej partii tłuszczu rafinowanego.

5.2. Wielkość i skład partii. Za partię należy uznać najwyżej 20 t tłuszczu rafinowanego z jednej odmiany, opakowanego w tego samego rodzaju opakowania lub zawartość jednej cysterny.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne ogólne wg PN-67/C-04500. Próbki należy pobierać z każdej cysterny, a w przypadku tłuszczu w bębnach należy losowo wybrać opakowanie do pobierania próbek w liczbie podanej w tabl. 3.

Tablica 3

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań wylosowanych
do 4	wszystkie
5÷15	4
16÷63	5
powyżej 63	6

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

Próbki pierwotne z cystern i bębnow należy pobierać z całej wysokości słupa cieczy próbnikiem nr 1 i nr 2 wg PN-74/C-60008. Liczba pobieranych próbek pierwotnych z różnych miejsc z jednego opakowania oraz z cysterny powinna być taka, aby ich ogólna masa nie była mniejsza niż 2 kg. Pobrane próbki pierwotne umieścić w czystym i suchym naczyniu i dokładnie wymieszać. Z tak otrzymanej próbki ogólnej wydzielić średnią próbkę laboratoryjną o masie nie mniejszej niż 0,5 kg, podzielić ją na dwie części i umieścić w dwóch szklanych naczyniach z doszlifowanym korkiem lub z zamknięciem typu tweest. Połowę próbki laboratoryjnej należy przeznaczyć do badań, a drugą przechowywać przez co najmniej 2 miesiące do analizy rozjemczej lub kontrolnej. Jeżeli tłuszcz w cysternach lub bębnach jest w stanie stałym, to przed pobraniem próbek należy go podgrzać do stanu ciekłego.

5.4. Opis badań

5.4.1. Oznaczanie substancji rozpuszczalnych w eterze wykonać wg PN-56/C-04284.

5.4.2. Oznaczanie liczby kwasowej wykonać wg PN-79/C-04283.

5.4.3. Oznaczanie zanieczyszczeń mechanicznych wykonać wg PN-73/A-86931.

5.4.4. Oznaczanie liczby zmydlenia wykonać wg PN-81/C-04280.

5.4.5. Oznaczanie barwy w skali jodowej wykonać wg PN-84/C-04534/02.

5.4.6. Oznaczanie azotu w przeliczeniu na białko (wg Farmakopei Polskiej IV)

5.4.6.1. Odczynniki i roztwory

- Czerwień metylowa wg PN-81/C-06501 p. 2.2.11.
- Kwas siarkowy stężony cz.
- Kwas solny 0,1 mol/l.
- Siarczan miedziowy cz. sproszkowany.
- Siarczan potasowy cz. sproszkowany.
- Wodorotlenek sodowy 0,1 mol/l.
- Wodorotlenek sodowy 30% (m/m).

5.4.6.2. Aparatura

- Kolba Kjeldahla pojemności 500 ml.
- Aparat do destylacji azotu składający się z kolby destylacyjnej połączonej poprzez łapacz kropli

z chłodnicą wodną i zaopatrzonej w wkraplacz i rurkę doprowadzającą parę wodną, sięgającą blisko dna.

c) Kolba, w której wytwarzana jest para wodna.

5.4.6.3. Wykonanie oznaczania. Próbkę stopionego tłuszczu w ilości $1 \div 3$ g odważyć różnicowo do kolby Kjeldahla (wg 5.4.6.2a), dodać 5 g siarczanu potasowego (wg 5.4.6.1e), 0,25 g siarczanu miedziowego (wg 5.4.6.1b). Kolbę umieścić na siatce azbestowej w położeniu ukośnym o kącie nachylenia około 45°C , w szyjkę kolby wstawić szklany lejek i początkowo ogrzewać łagodnie w temperaturze niższej niż temperatura wrzenia, następnie ogrzewać silniej, utrzymując w łagodnym wrzeniu do chwili, gdy ciecz stanie się klarowna o zabarwieniu jasnozielonym. Od tej chwili ogrzewanie kontynuować jeszcze przez godzinę. Po ochłodzeniu zawartość kolby rozcieńczyć 50 ml wody i przenieść ilościowo do kolby destylacyjnej, popłukując kolbę kilkakrotnie wodą do ogólnej zawartości płynu około 150 ml. Połączyć kolbę z chłodnicą, w odbieralniku umieścić 50 ml kwsu solnego (wg 5.4.6.1c), dodać 3 krople czerwieni metylowej (wg 5.4.6.1a) i zanurzyć w nim koniec chłodnicy.

Do kolby destylacyjnej wlać powoli z wkraplacza około 50 ml roztworu wodorotlenku sodowego (wg 5.4.6.1g) do odczynu alkalicznego (płyn w kolbie powinien zciemnieć) i prowadzić destylację z parą wodną w ciągu 30 min. Następnie odłączyć odbieralnik, spłukując koniec chłodnicy wodą. Nadmiar kwasu w odbieralniku odmiareczkować 0,1N roztworem wodorotlenku sodowego (wg 5.4.6.1f) do zmiany zabarwienia czerwieni metylowej. Należy również wykonać próbę kontrolną, przeprowadzając oznaczanie bez dodawania tłuszczu badanego.

5.4.6.4. Obliczanie wyników. Zawartość białka (X) należy obliczyć w procentach (m/m) wg wzoru

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,0014 \cdot 100 \cdot 6,25}{m}$$

w którym:

V_1 — ilość ściśle 0,1 mol/l wodorotlenku sodowego zużytego do zmiareczkowania próby kontrolnej, ml,

V_2 — ilość ściśle 0,1 mol/l wodorotlenku sodowego zużytego do zmiareczkowania próby właściwej, ml,

0,0014 — ilość azotu odpowiadająca 1 ml ściśle 0,1 mol/l kwasu solnego, g,

6,25 — współczynnik przeliczeniowy zawartości azotu na białko.

5.4.6.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej 2 równoległych oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 5% wartości wyniku.

5.4.7. Oznaczanie kwasów nieorganicznych

5.4.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek sodowy, roztwór 10% (m/m).

b) Oranż metylowy, roztwór 0,2% (m/m).

5.4.7.2. Wykonanie oznaczania. Próbkę stopionego tłuszczu w ilości około 10 g przenieść do rozdzielacza pojemności 250 ml, w którym znajduje się 50 ml chlor-

ku sodowego (wg 2.3.7.1), kilkakrotnie wstrząsnąć zawartością rozdzielacza i pozostawić do dokładnego rozdzielania się warstw. Dolną warstwę rozdzielacza zawierającą roztwór chlorku sodowego, przenieść do zlewki i dodać kilka kropli oranżu metylowego (wg 5.3.7.1). Żółte zabarwienie roztworu świadczy o nieobecności kwasów mineralnych w badanym tłuszczu.

5.4.8. Oznaczanie temperatury krzepnięcia wydzielonych kwasów tłuszczowych

5.4.8.1. Aparatura i szkło

a) Naczynie Żukowa wg PN-77/C-04018.

b) Termometr o zakresie temperatur $10 \div 60^\circ\text{C}$.

c) Kolba stożkowa pojemności 300 cm³ zaopatrzona w chłodnicę powietrzną.

5.4.8.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy cz. (1.84) roztwór 1 + 5.

b) Oranż metylowy, roztwór 0,2% (m/m).

c) Siarczan sodowy bezwodny, cz. świeżo wyprażony.

d) Wodorotlenek potasowy, cz., roztwór alkoholowy, przygotowany w następujący sposób: 150 g wodorotlenku potasowego rozpuścić 200 ml wody, po czym dodać 500 ml alkoholu etylowego 96% (V/V) i dokładnie wymieszać.

5.4.8.3. Przygotowanie próbki kwasów tłuszczowych.

Około 35 g badanego tłuszczu zważyć do kolby stożkowej (wg 5.3.8.1e), dodać 60 ml wodorotlenku potasowego (wg 5.3.8.2 d) i zmydlać przez 1 h pod chłodnicą powietrzną na łaźni wodnej. Po zakończeniu zmydlenia odparować alkohol, mydło rozpuścić w 250 ml gorącej wody, a następnie dodać kwasu siarkowego (wg 5.3.8.2a) do odczynu silnie kwaśnego wobec oranżu metylowego (wg 5.3.8.2b). Całość ogrzać do zupełnego sklarowania się kwasów tłuszczowych, po czym odstawić do ostygnięcia. Po zakrzepnięciu warstwy tłuszczowej, kwaśne wody wylać pozostawiając w zlewce stałe kwasy tłuszczowe, następnie dodać do zlewki świeżej wody, parę kropli oranżu i ponownie ogrzać do sklarowania się kwasów, często mieszając przecikiem. Pozostawić do ostygnięcia, które można przyspieszyć wstawiając zlewkę z kwasami do łaźni z zimną wodą. Proces płukania kwasów tłuszczowych powtarzać aż do całkowitego usunięcia resztek kwasu siarkowego, tj. do momentu kiedy woda z przemycia wykazuje odczyn obojętny wobec oranżu metylowego. Następnie zakrzepnięte kwasy (tzw. „placek“) wyjąć ze zlewki, osuszyć między warstwami bibuły i po roztopieniu w suchej zlewce przesaczyć je na gorąco przez sącdek z bibuły napełniony do połowy bezwodnym siarczanem sodowym (wg 5.3.8.2 e).

5.4.8.4. Wykonanie oznaczania. Oznaczanie należy wykonać wg PN-76/C-04804/15.

5.4.9. Oznaczanie zawartości kwasów tłuszczowych i żywicznych wykonać wg BN-84/6130-01.

5.4.10. Oznaczanie liczby jodowej wykonać wg PN-78/C-04281

5.5. Ocena wyników badań. Partię tłuszczu rafinowanego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeśli wyniki badań wg 5.1 odpowiadają wymaganiom wg rozdz. 3.

5.6. Zaświadczenie o wynikach badań. Do każdej partii tłuszczu technicznego zwierzęcego topionego rafinowanego producent jest zobowiązany dołączyć świadectwo kontroli zawierające stwierdzenie zgodności jej z ni-

niejszą normą. Dane te mogą być umieszczone na opakowaniu lub dowodzie wydania materiału dostarczonym przez dostawcę.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-69/8186-02

- wprowadzono podział tłuszczu rafinowanego na dwie odmiany w zależności od jego charakterystyki fizykochemicznej,
- zmieniono wymagania w zakresie barwy, białka i titru,
- wprowadzono dodatkowo do wymagań oznaczenia ogólnej zawartości kwasów tłuszczowych i liczby jodowej,
- w p. 5.4.8.3 zmieniono wielkość naważki, przystosowując ją do pojemności aparatu Żukowa oraz zmodyfikowano sposób odpływania nadmiaru kwasu siarkowego.

3. Normy związane

- PN-73/A-86931 Tłuszcze roślinne jadalne. Metody badań. Oznaczenie zanieczyszczeń nierozpuszczalnych
- PN-77/C-04018 Przetwory naftowe. Oznaczenie temperatury krzepnięcia metodą Żukowa
- PN-81/C-04280 Tłuszcze techniczne. Metody badań. Oznaczenie liczby zmydlenia
- PN-78/C-04281 Tłuszcze techniczne. Oznaczenie liczby jodowej
- PN-79/C-04283 Tłuszcze techniczne. Oznaczenie liczby kwasowej i liczby neutralizacji
- PN-56/C-04284 Tłuszcze techniczne. Oznaczenie zawartości substancji rozpuszczalnych w eterze
- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowania próbek

PN-84/C-04534/02 Analiza chemiczna. Oznaczenie barwy produktów chemicznych za pomocą skali jodowej

PN-76/C-04804/15 Podstawowe metody badań mydeł. Oznaczenie temperatury krzepnięcia tzw. miana wydzielonych kwasów tłuszczowych łącznie z żywicznymi

PN-74/C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych

PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników i roztworów pomocniczych

PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-76/5046-01 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami wytłaczanymi

BN-84/6130-01 Tłuszcze techniczne. Oznaczenie zawartości kwasów tłuszczowych i żywicznych bez substancji niezmydlających się

Farmakopea Polska IV — Oznaczenie białka

Ustawa o prawie przewozowym z dnia 15 listopada 1984 r. (Dz. Ustaw nr 53, poz. 272 z 1984 r.)

Regulamin PKP o ładowaniu i zabezpieczaniu przesyłek towarowych (Dz. Taryf. i Zarządzeń Min. Komunik. nr 9, poz. 68 z 1985 r.)

Zarządzenie Min. Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon. Pol. nr 24 poz. 123 z 1963 r. i nr 35, poz. 250 z 1968 r.).

4. Autor projektu normy — inż. Irena Mazgajska — Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa.