

PRODUKTY ORGANICZNE	N O R M A   B R A N Ż O W A	BN-86
	Produkty organiczne	7313-02
	Produkty uboczne przemysłu papierniczego	Zamiast BN-80/7313-02
	Surowy olej talowy	Grupa katalogowa 0955

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest surowy olej talowy otrzymywany z mydła posiarzanowego, stanowiący mieszaninę kwasów tłuszczowych, żywicznych i substancji nie zmydlających się, stosowany głównie do przerobu na kwasy żywiczne i tłuszczowe.

**1.2. Określenia.** Substancje nie zmydlające się są to substancje nie zmydlające się alkoholowym roztworem wodorotlenku potasowego i nielotne w temperaturze 100°C, lecz rozpuszczalne w eterze naftowym i eterze etylowym.

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Podział.** W zależności od składu chemicznego, rozróżnia się trzy gatunki oleju talowego: I, II i III.

**2.2. Przykład oznaczania** surowego oleju talowego:

SUROWY OLEJ TALOWY I BN-86/7313-02

## 3. WYMAGANIA

Wymagania podano w tabl. 1.

Tablica 1

Oznaczenie	Gatunek		
	I	II	III
a) Zawartość wody <sup>1)</sup> , %(m/m), nie więcej niż	2,0	3,0	3,0
b) Popiół, %(m/m), nie więcej niż	0,4	0,6	0,8
c) Zawartość substancji nie zmydlających się, %(m/m), nie więcej niż	10,0	11,0	13,0
d) Liczba kwasowa, nie mniej niż	150,0	140,0	135,0
e) Zawartość kwasów żywicznych, %(m/m), nie mniej niż	50,0	45,0	nie normalizuje się
f) Zawartość kwasów mineralnych w przeliczeniu na H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , %(m/m), nie więcej niż	0,02	0,04	0,04
g) Lepkość oznaczana metodą Englera w temperaturze 95°C, °E, nie więcej niż	20	20	25

<sup>1)</sup> Dopuszcza się wyższą zawartość wody do 4,5%(m/m), po uzgodnieniu pomiędzy producentem i odbiorcą.

Zgłoszona przez Instytut Chemii Przemysłowej  
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 30 kwietnia 1986 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1987 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 15/1986 poz. 29)

#### 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Pakowanie.** Surowy olej talowy należy pakować do cystern wyposażonych w instalację grzejną.

Dopuszcza się także inny rodzaj opakowania po uprzednim uzgodnieniu pomiędzy odbiorcą i dostawcą.

Znakowanie opakowań należy wykonać zgodnie z PN-85/O-79252, umieszczając na każdym napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak zakładu produkcyjnego,
- oznaczenie wg 2.2,
- numer partii,
- masę brutto i netto,
- datę produkcji,
- okres gwarancji.

**4.2. Przechowywanie.** Surowy olej talowy należy przechowywać w zbiornikach zamkniętych, aluminiowych lub ze stali kwasoodpornej, zaopatrzonych w sprawne elementy grzejne.

**4.3. Transport.** Surowy olej talowy nie jest materiałem niebezpiecznym w myśl kryteriów obowiązujących w przepisach transportowych.

Należy go transportować w wagonach cysternach aluminiowych lub ze stali kwasoodpornej, zaopatrzonych w sprawne elementy grzejne. Dopuszcza się transport oleju talowego w innych opakowaniach po uprzednim uzgodnieniu ich pomiędzy odbiorcą, dostawcą i przewoźnikiem.

Inne uzgodnione opakowania należy znakować wg PN-85/O-79252.

#### 5. BADANIA

##### 5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie zawartości wody (3a),
- oznaczanie zawartości popiołu (3b),
- oznaczanie substancji nie zmydlających się (3c),
- oznaczanie liczby kwasowej (3d),
- oznaczanie zawartości kwasów żywicznych (3e),
- oznaczanie zawartości kwasów mineralnych (3f),
- oznaczanie lepkości (3g).

**5.2. Wielkość partii.** Partię stanowi olej talowy uzyskany w jednakowych warunkach technologicznych przy użyciu jednakowych surowców.

**5.3. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej.** Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500. Z każdej cysterny należy pobrać czystym i suchym próbnikiem nr 8 — 10 wg PN-74/C-60008 z całej wysokości słupa trzy próbki pierwotne. U producenta dopuszcza się pobieranie próbek ze zbiorników magazynowych w czasie przepompowywania do cystern. Następnie próbki należy połączyć i dokładnie wymieszać. Objętość tak przygotowanej średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 500 g. Średnią próbkę należy podzielić na dwie równe części i umieścić w oddzielnych słoikach. Słoiki powinny być całkowicie napełnione, aby ograniczyć możliwości stykania się próbki z powietrzem. Słoiki

należy zakorkować, zalać parafiną oraz umieścić napisy zawierające co najmniej:

- nazwę lub znak producenta,
- numer partii,
- datę pobrania próbek,
- nazwisko osoby pobierającej próbkę.

Jedną próbkę należy przeznaczyć do analizy, a drugą przechowywać w ciągu trzech miesięcy od analizy rozjemczej. Opakowania średniej próbki laboratoryjnej należy otwierać bezpośrednio przed przystąpieniem do wykonania analizy.

##### 5.4. Opis badań

**5.4.1. Oznaczanie zawartości wody** wykonać wg PN-83/C-04523, stosując kolbę destylacyjną 500 ml i ksylen jako czynnik azeotropujący.

##### 5.4.2. Oznaczanie zawartości popiołu

**5.4.2.1. Zasada oznaczania** polega na spalaniu próbki i oznaczaniu pozostałości po wyprażeniu.

**5.4.2.2. Odczynniki.** Nadtlenek wodoru, roztwór 5%(V/V).

##### 5.4.2.3. Przyrządy

- Piec silitowy lub mufłowy.
- Płytką grzejną.
- Tygiel porcelanowy.

**5.4.2.4. Wykonanie oznaczania.** Odważyć 5 g oleju talowego z dokładnością do 1 mg w tyglu wyprażonym uprzednio w temperaturze  $700 \pm 25^\circ\text{C}$  do stałej masy.

Tygiel z próbką postawić na płytce grzejnej i podgrzać ostrożnie aż do zaprzestania pienienia. Następnie włożyć do ciepłego oleju kawałek złożonego sączka bezpopiołowego i zapalić. Po zwęgleniu oleju, prażyć próbkę w piecu, podnosząc powoli temperaturę do  $700 \pm 25^\circ\text{C}$ , aż do całkowitego spalania.

Jeżeli pozostały popiół zawierać będzie w dalszym ciągu nie spalone kawałki, należy po ostudzeniu ostrożnie zwilżyć osad paroma kroplami nadtlenu wodoru, odparować na płytce grzejnej do sucha i prażyć w piecu do stałej masy.

**5.4.2.5. Liczba oznaczeń.** Należy wykonać co najmniej dwa równoległe oznaczenia.

**5.4.2.6. Obliczanie wyników.** Zawartość popiołu ( $X_1$ ) obliczyć w procentach (m/m) wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1}{m_2} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

$m_1$  — masa pozostałości po wyprażeniu, g,

$m_2$  — masa próbki oleju talowego, g.

**5.4.2.7. Dopuszczalna różnica** między wynikami równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,05%.

**5.4.2.8. Wynik.** Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń obliczoną z dokładnością 0,01%.

##### 5.4.3. Oznaczanie substancji nie zmydlających się

**5.4.3.1. Zasada oznaczania** polega na zmydleniu kwasów zawartych w próbce oleju talowego alkoholowym roztworem wodorotlenku potasowego, ekstrakcji eterem naftowym i po odparowaniu eteru — oznaczaniu grawimetrycznym pozostałości.

**5.4.3.2. Odczynniki**

a) Alkohol etylowy wg PN-75/A-79526, roztwory: 90%(V/V), 70%(V/V) i 50%(V/V).

b) Eter naftowy, temperatura wrzenia  $40 \div 60^{\circ}\text{C}$ .

c) Fenoloftaleina wg PN-81/C-06501.

d) Wodorotlenek potasowy,  $c(\text{KOH}) = 2 \text{ mol/l}$  w 96%(V/V) alkoholu etylowym.

**5.4.3.3. Przyrządy**

a) Kolba stożkowa pojemności 250 ml.

b) Chłodnica zwrotna.

c) Rozdzielacz pojemności 500 ml — 3 sztuki.

**5.4.3.4. Wykonanie oznaczania.** Do kolby odważyć 5 g oleju talowego z dokładnością do 0,001 g, następnie dodać 25 ml roztworu alkoholowego wodorotlenku potasowego wg 5.4.3.2 d) i roztwór gotować pod chłodnicą zwrotną w ciągu 90 min. Po ostudzeniu dodać 25 ml wody destylowanej i roztwór przenieść ilościowo do rozdzielacza, przepłukując 50 ml 50%(V/V) roztworem alkoholu wg 5.4.3.2a). W rozdzielaczu wytrząsać z 50 ml eteru naftowego wg 5.4.3.2b).

Warstwę alkoholową spuścić do drugiego rozdzielacza i znów wytrząsać z 50 ml eteru naftowego. Tę samą czynność powtarzać w trzecim rozdzielaczu.

Połączone roztwory eterowe przemyć trzykrotnie 50%(V/V) roztworem alkoholu, porcjami po 25 ml. Alkohol z ostatniego przemycia rozcieńczyć potrójną ilością wody destylowanej, po czym dodać parę kropeł roztworu fenoloftaleiny.

Jeśli wystąpi czerwone zabarwienie, ponownie przemywać, aż roztwór alkoholowy z przemycia nie będzie barwił fenoloftaleiny. Roztwór eteru naftowego przelać do zważonej kolby pojemności 250 ml, następnie oddestylować na łaźni wodnej, a pozostałość w kolbie suszyć w suszarce w temperaturze  $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$ .

Suszenie prowadzić tak długo, aż różnica między dwoma kolejnymi ważeniami nie będzie przekraczać 0,01 g.

**5.4.3.5. Liczba oznaczeń.** Należy wykonać co najmniej dwa oznaczenia.

**5.4.3.6. Obliczanie wyników.** Zawartość związków nie zmydlających się ( $X_2$ ) obliczyć w % wag. wg wzoru

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m} \quad (2)$$

w którym:

$m_1$  — masa kolby z osadem, g.

$m_2$  — masa kolby pustej, g.

$m$  — masa oleju, g.

**5.4.3.7. Dopuszczalna różnica między wynikami** dwóch równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,01 g.

**5.4.3.8. Wynik.** Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników oznaczeń obliczonych z dokładnością do 0,1%.

**5.4.4. Oznaczanie liczby kwasowej** wykonać wg PN-79/C-04283, stosując:

a) alkohol etylowy i toluen (1+2) jako rozpuszczalnik oleju talowego,

b) 2-3 g odważka oleju talowego,

c) wodorotlenek potasowy do miareczkowania,  $c(\text{KOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$ .

**5.4.5. Oznaczanie zawartości kwasów żywicznych**

**5.4.5.1. Zasada oznaczania** polega na estryfikacji kwasów tłuszczowych zawartych w oleju talowym alkoholem metylowym i odmiareczkowaniu wolnych kwasów żywicznych alkoholowym roztworem wodorotlenku potasowego ściśle 0,5 mol/l.

**5.4.5.2. Odczynniki**

a) Alkohol metylowy cz.d.a. lub cz.

b) Wodorotlenek potasowy,  $c(\text{KOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$  w alkoholu etylowym.

c) Błękit tymolowy, wg PN-81/C-06501.

d) Mieszanina estryfikująca: zmieszać 2,5 ml stężonego kwasu siarkowego cz.d.a. (1,83) z 100 ml alkoholu metylowego.

**5.4.5.3. Przyrządy**

a) Chłodnica zwrotna.

b) Łaźnia wodna.

c) Kolba stożkowa ze szlifem pojemności 250 ml.

d) Naczynko wagowe.

e) Zestaw do potencjometrycznego miareczkowania lub mikrobiureta.

**5.4.5.4. Wykonanie oznaczania.** W kolbie stożkowej umieścić 0,5 ÷ 0,8 g badanej próbki zważonej z dokładnością do 0,0001 g, dodać 5 ml mieszaniny estryfikującej, podgrzać na łaźni wodnej pod chłodnicą zwrotną do wrzenia i utrzymać w stanie wrzenia w ciągu 5 min.

Następnie próbkę schłodzić, rozcieńczyć 5 ml alkoholu metylowego, dodać kilka kropeł błękitu tymolowego i miareczkować roztworem alkoholowym, ściśle 0,5 mol/l wodorotlenku potasowego do zmiany barwy, początkowo z czerwonej na żółtą, a następnie z żółtej na niebieską.

Dopuszcza się również możliwość miareczkowania metodą potencjometryczną po estryfikacji. Za zakończenie miareczkowania należy przyjąć przegięcie krzywej miareczkowania w zakresie pH = 4 i  $10 \div 12$ .

**5.4.5.5. Liczba oznaczeń.** Należy wykonać co najmniej dwa równoległe oznaczenia.

**5.4.5.6. Obliczanie wyników.** Zawartość kwasów żywicznych ( $X_3$ ) należy obliczyć w %(m/m) wg wzoru

$$X_3 = \frac{3,024 \cdot (V - V_1)}{m} \quad (3)$$

w którym:

$V$  — objętość roztworu ściśle 0,5 mol/l wodorotlenku potasowego zużyta na miareczkowanie próbki przy zmianie barwy wskaźnika z czerwonej na niebieską lub przy pH  $10 \div 12$  podczas miareczkowania potencjometrycznego, ml,

$V_1$  — objętość roztworu ściśle 0,5 mol/l wodorotlenku potasowego zużyta na miareczkowanie próbki przy zmianie barwy wskaźnika z czerwonej na żółtą lub przy pH = 4 podczas miareczkowania potencjometrycznego, ml,

$m$  — masa próbki, g.

#### 5.4.6. Oznaczanie zawartości kwasów mineralnych

**5.4.6.1. Zasada oznaczania** polega na ekstrakcji wodą próbki oleju talowego i odmiareczkowaniu rozpuszczonych w wodzie kwasów roztworem ściśle 0,1 mol/l wodorotlenku potasowego wobec czerwieni krezolowej.

##### 5.4.6.2. Odczynniki

- Czerwień krezolowa wg PN-81/C-06501.
- Wodorotlenek potasowy  $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ .

##### 5.4.6.3. Przyrządy

- Biureta pojemności 10 ml.
- Kolba stożkowa pojemności 500 ml.
- Łaźnia wodna.
- Pipeta pojemności 50 ml.

**5.4.6.4. Wykonanie oznaczania.** Odważyć 100 g oleju talowego z dokładnością do 0,1 g. Próbkę zmieszać ze 100 ml wody destylowanej, przenieść ilościowo do kolby stożkowej i podgrzać na łaźni wodnej do temperatury 80°C.

Po starannym wytrząśnięciu zawartości kolby, próbkę umieścić w zaciemnionym miejscu w temperaturze 60°C do rozdzielenia się warstw.

W przypadku niecałkowitego rozdzielania się warstw do próbki dodać 5 ÷ 10 g soli kuchennej. Po schłodzeniu zawartości kolby do temperatury 20°C pobrać pipetą 50 ml warstwy wodnej i miareczkować roztworem wodorotlenku potasowego o stężeniu ściśle 0,1 mol/l wobec 4 kropli czerwieni krezolowej do zmiany barwy z żółtej na czerwoną.

**5.4.6.5. Liczba oznaczeń.** Należy wykonać co najmniej dwa równoległe oznaczenia.

**5.4.6.6. Obliczanie wyników.** Zawartość kwasów mineralnych ( $X_4$ ) w przeliczeniu na kwas siarkowy obliczyć w  $\%(m/m)$  wg wzoru

$$X_4 = \frac{0,98 \cdot V}{m} \quad (4)$$

w którym:

$V$  — objętość ściśle 0,1 mol/l roztworu wodorotlenku potasowego zużytego na zmiareczkowanie próbki, ml.

$m$  — masa próbki, g.

**5.4.7. Oznaczanie lepkości** względnej metodą Englera wykonać wg PN-77/C-04014, przeprowadzając pomiar w temperaturze 95°C.

**5.5. Interpretacje wyników badań.** Wartości liczbowe występujące w normie oraz wyniki obliczeń należy interpretować zgodnie z PN-70/N-02120 p. 3.3.2.

**5.6. Ocena wyników badań.** Partię oleju talowego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wszystkie badania dadzą wyniki zgodne z rozdz. 3.

**5.7. Zaświadczenie o wynikach badań.** Do każdej partii wysyłanego oleju talowego producent jest obowiązany wystawić i przesłać odbiorcy atest kontroli jakości zawierający wyniki badań i stwierdzający zgodność z wymaganiami wg rozdz. 3.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-80/7313-02. Wprowadzono:  
— podział na trzy gatunki oleju talowego.  
— oznaczanie lepkości.

3. Normy i dokumenty związane

PN-75/A-79526 Spirytus rektyfikowany butelkowany

PN-77/C-04014 Przetwory naftowe. Oznaczanie lepkości względnej lepkościomierzem Englera

PN-79/C-04283 Tłuszcze techniczne. Oznaczanie liczby kwasowej i neutralizacji

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

PN-83/C-04523 Oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną

PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników

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

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

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

Przepisy transportowe dotyczące materiałów nie zagrażających bezpieczeństwu:

Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r. — Prawo przewozowe (Dz. U. nr 53, poz. 272 z 1984 r.)

Regulamin Przedsiębiorstwa PKP o ładowaniu i zabezpieczeniu przesyłek towarowych (Dz. TiZK nr 9 poz. 68 z 1985 r.)

Przepisy o ładowaniu wagonów towarowych. Załącznik II do Umowy o wzajemnym użytkowaniu wagonów towarowych w komunikacji międzynarodowej (RIV) (Dz. TiZK nr 15, poz. 119 z 1981 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Zarządzenie Ministra 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. Symbol wg SWW — 1249-560.

5. Autorzy projektu normy — mgr inż. Wiesława Walisiewicz-Niezbalska, Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa.