

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-64
	Tłuszcze techniczne Oznaczanie ogólnej zawartości kwasów tłuszczowych lub żywicznych metodą eterową	6130-01
		1218 Grupa katalogowa X 09

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie ogólnej zawartości kwasów tłuszczowych lub żywicznych w surowcach tłuszczowych, kalafonii i oleju talowym metodą eterową.

1.2. Określenia. Za ogólną zawartość kwasów tłuszczowych lub żywicznych przyjmuje się w niniejszej normie zawartość tych kwasów łącznie z substancjami niezmydlającymi się.

1.3. Zakres stosowania. Metodę eterową stosuje się do oznaczania:

- kwasów tłuszczowych w tłuszczach pochodzenia roślinnego i zwierzęcego,
- kwasów żywicznych w kalafonii,
- kwasów tłuszczowych łącznie z żywicami w oleju talowym,
- kwasów tłuszczowych w technicznych kwasach tłuszczowych z rozszczepienia, destylowanych, parafinacyjnych.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Odczynniki i roztwory

- a) Wodorotlenek potasowy cz.d.a., 5-procentowy roztwór alkoholowy.
- b) Kwas solny cz., roztwór (1+3).
- c) Eter etylowy.
- d) Sól kuchenna, 10-procentowy roztwór przesączony.
- e) Siarczan sodu bezwodny cz., świeżo wysuszony w temperaturze 150°C.
- f) Oranż metylowy, roztwór 1-procentowy.

2.2. Wykonanie oznaczania. Około 3 g badanego produktu (kalafonii około 1 g) odważyć w kolbie stożkowej pojemności 250 ml z dokładnością do 0,001 g, dodać 20 ml alkoholowego roztworu wodorotlenku potasowego i ogrzewać pod chłodnicą zwrotną, utrzymując roztwór we wrzeniu w ciągu około 30 ÷ 60 min aż do całkowitego zmydlenia produktu. Koniec zmydlenia poznaje się po tym, że roztwór w kolbie staje się klarowny i nie zawiera kulek niezmydlonego produktu.

W przypadku badania produktów trudno zmydlających się, przed waniem alkoholowego roztworu wodorotlenku potasowego należy dodać 20 ml rozpuszczalnika o wysokiej temperaturze wrzenia (ksylen, alkohol propylowy, butylowy lub amylov). Po zakończeniu zmydlenia alkohol z kolby oddestylować na łaźni piaskowej, pozostałość po odparowaniu rozpuścić w 50 ml gorącej wody, przenieść ilościowo do rozdzielacza pojemności 300 ml i kolbę spłukać dokładnie za pomocą następnych 50 ml gorącej wody, dodając ją do roztworu w rozdzielaczu. Roztwór mydła w rozdzielaczu zakwasić kwasem solnym do reakcji kwaśnej wobec oranżu metylowego i po ochłodzeniu roztworu dodać 50 ml eteru. Rozdzielacz zamknąć korkiem, wstrząsać zawartością i pozostawić w spokoju na 15 min do roz-

Zjednoczenie Przemysłu Środków Piorących i Kosmetyków
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Środków Piorących i Kosmetyków
dnia 31 grudnia 1964 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 marca 1965 r.
(Mon. Pol. nr 10/1965 poz. 38)

dzielenia się warstw i wyklarowania cieczy. Następnie warstwę wodną opuścić do drugiego rozdzielacza i ekstrahować ją jeszcze dwukrotnie eterem jak poprzednio, po czym odrzucić. Połączone w pierwszym rozdzielaczu wyciągi eterowe przemywać 10-procentowym roztworem soli kuchennej tak długo, aż roztwór po przemyciu wykaże wobec oranżu metylowego odczyn obojętny. Wyciąg eterowy przesączyć przez suchy sączek, napełniony do połowy siarczanem sodowym, do uprzednio wysuszonej i zważonej kolby z szeroką szyjką, pojemności 250 ml. Rozdzielacz i sączek przepłukać kilkakrotnie eterem z tryskawki, a na koniec spłukać nim również dolną część szyjki lejka. Eter z płukania wprowadzić do kolby z przesączem. Eter oddestylować z kolby. Kolbę z pozostałością suszyć w suszarce w temperaturze $80 \div 85^{\circ}\text{C}$ w ciągu 1 godz, przedmuchać zimnym powietrzem i wstawić ponownie do suszarki na 30 min, następnie ostudzić w eksykatorze i zważyć. Czynność suszenia (30 min) powtarzać aż do uzyskania stałej wagi. Przy ustaleniu wagi różnica między dwoma ostatnimi ważeniami nie powinna być większa niż 0,003 g.

W przypadku badania tłuszczu kokosowego, zawierającego lotne kwasy tłuszczowe, suszenie kwasów powinno być przeprowadzone w temperaturze $65 \div 70^{\circ}\text{C}$.

W przypadku badania kalafonii należy w czasie suszenia wyjmować kolbę kilkakrotnie z suszarki i ruchem obrotowym rozprowadzać kwasy żywiczne po ściankach.

2.3. Obliczanie wyników. Ogólną zawartość kwasów tłuszczowych lub żywicznych X obliczyć w procentach wagowych wg wzoru

$$X = \frac{G_1 \cdot 100}{G}$$

w którym:

G_1 - masa otrzymanych kwasów tłuszczowych (żywicznych) łącznie z substancjami niezmydlającymi się, g,

G - odważka badanego produktu, g.

2.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 0,5.

K O N I E C