

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-84
	Tłuszcze techniczne	6130-01
	Oznaczanie zawartości kwasów tłuszczowych i żywicznych bez substancji niezmydlających się	Zamiast BN-64/6130-01
		Grupa katalogowa 1009

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania zawartości kwasów tłuszczowych i żywicznych po oddzieleniu substancji niezmydlających się w surowcach tłuszczowych metodą eterową.

1.2. Zakres stosowania. Metodę eterową stosuje się do oznaczania zawartości kwasów tłuszczowych i żywicznych (bez substancji niezmydlających się) w:

- tłuszczach pochodzenia roślinnego i zwierzęcego,
- kalafonii,
- oleju talowym,

— kwasach tłuszczowych parafinacyjnych oraz pochodzące z rozszczepienia kwasów tłuszczowych surowych i destylowanych.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada metody. Metoda polega na zmydleniu tłuszczu, oddzieleniu substancji niezmydlających się, a następnie wydzieleniu z ekstraktu wodnego zawierającego mydła kwasów tłuszczowych za pomocą kwasu mineralnego oraz wyekstrahowaniu tych kwasów eterem etylowym. Zawartość kwasów w ekstrakcie oznacza się wagowo.

2.2. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek sodowy cz., roztwór 10%(m/m) przesączony.

b) Eter etylowy, wolny od nadtlenu.

c) Kwas solny cz., roztwór wodny 1+3.

d) Oranż metylowy, roztwór 1%(m/m).

e) Siarczan sodowy bezwodny cz., wysuszony w temperaturze 150°C bezpośrednio przed wykonaniem oznaczania.

f) Wodorotlenek potasowy cz.d.a., o $c(\text{KOH}) = 2 \text{ mol/l}$, roztwór alkoholowy przygotowany wg PN-79/C-04285.

2.3. Wykonanie oznaczania. Około 3 g badanego produktu przygotowanego wg PN-76/A-86910 i PN-76/A-86911 (kalafonii około 1 g przygotowanej wg PN-72/C-97501) odważyć z dokładnością do 0,001 g w kolbie stożkowej pojemności 250 ml, a następnie zmydląć i od-

dzielić substancje niezmydlające się wg PN-79/C-04285, pozostawiając do dalszej analizy wodny roztwór mydła oraz roztwory z przemycia ekstraktu eterowego zawierającego substancje niezmydlające się.

Roztwór mydła połączyć z wodami z mycia ekstraktu i przenieść ilościowo do rozdzielacza pojemności 500 ml, spłukując kolbę 3 razy po 15 ml wody. W przypadku oznaczania substancji niezmydlających się wg PN-79/C-04285 p. 2.4 należy połączone roztwory wodne odparować na łaźni wodnej do zaniku zapachu alkoholu etylowego i dopiero przenieść do rozdzielacza jak wyżej.

Roztwór mydła w rozdzielaczu zakwasić kwasem solnym (wg 2.2e) do reakcji kwaśnej wobec oranżu metylowego (wg 2.2d) i w temperaturze poniżej 30°C dodać 100 ml eteru etylowego (wg 2.2b). Rozdzielacz zamknąć korkiem szlifowanym, wstrząsnąć kilkakrotnie zawartością, za każdym razem odprowadzając pary eteru, a następnie pozostawić na 15 min dla dokładnego rozdzielania warstw i wyklarowania cieczy. Warstwę wodną przenieść do drugiego rozdzielacza i jeszcze dwukrotnie ekstrahować eterem. Połączone wyciągi eterowe przemycić roztworem chlorku sodowego (wg 2.2a), aż otrzymany z przemycia roztwór wykaże wobec oranżu metylowego (wg 2.2d) odczyn obojętny.

Roztwór eterowy przesączyć przez suchy sączek z siarczanem sodowym (wg 2.2e) do uprzednio zważonej kolbki pojemności 250 ml. Rozdzielacz i sączek z siarczanem dokładnie przemycić eterem etylowym z tryskawki, a na zakończenie opłukać także końcówki rozdzielacza i lejka (łącznie 50 ml eteru). Eter z przemycia przenieść do kolbki z roztworem właściwym. Napełnianie kolbki porcjami roztworu eterowego do destylacji nie powinno jednorazowo przekraczać 60% jej objętości.

Po oddestylowaniu eteru na łaźni wodnej pod wyciągiem, kolbę z pozostałością suszyć w temperaturze 80 ÷ 85°C w suszarce przez 1 h, po czym kolbę przenieść do eksykatora, studzić 30 min i zważyć. Suszenie i ważenie w tych samych warunkach powtarzać aż do uzyskania stałej masy. Ze stałą masą mamy do czynienia

Zgłoszona przez Instytut Chemii Przemysłowej
Ustanowiona przez Ministra Przemysłu Chemicznego i Lekkiego dnia 12 lipca 1984 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1985 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 8/1985 poz. 14)

nia, jeśli różnica między dwoma kolejnymi ważeniami nie jest większa niż 0,003 g.

W przypadku badania tłuszczu zawierającego lotne kwasy tłuszczowe (np. olej kokosowy, z ziarn palmowych itp.) temperatura suszenia wydzielonych kwasów powinna wynosić $65 \div 70^{\circ}\text{C}$.

W przypadku oznaczania kwasów żywiczych w kalafonii w trakcie suszenia wyjmować z suszarki kolbę z próbką i ruchem obrotowym rozprowadzać kwasy po ścianach dla szybszego wysuszenia.

2.4. Obliczanie wyników. Ogólną zawartość kwasów tłuszczowych i żywiczych (X) obliczyć w % wagowych wg wzoru

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m}$$

w którym:

m_1 — masa wysuszonej pozostałości, g,

m — masa badanej próbki, g.

2.5. Wynik końcowy. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń różniących się między sobą wartością liczbową nie większą niż 0,6.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa, ul. Rydygiera 8.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/6130-01

a) zasadniczą zmianą jest ograniczenie przedmiotu normy do oznaczania tylko zawartości kwasów tłuszczowych i żywiczych (bez substancji niezmydlających się),

b) zmieniono tytuł zgodnie z przedmiotem normy,

c) zaktualizowano tekst, wprowadzono poprawki redakcyjne i uzupełnienia wyjaśniające zgodnie z obecnymi wymaganiami,

d) w 2.3 zmieniono ilość dodawanego do analizy eteru z 50 ml na 100 ml.

3. Normy związane

PN-76/A-86910 Tłuszcze roślinne jadalne. Pobieranie próbek i przygotowanie próbki laboratoryjnej

PN-76/A-86911 Tłuszcze roślinne jadalne. Metody badań. Przygotowanie próbek do analizy

PN-79/C-04285 Tłuszcze techniczne. Oznaczanie zawartości substancji niezmydlających się

PN-72/C-97501 Kalafonia sosnowa

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