

wycof 1.06.90  
4190 poz 8  
ob. 89/6133-04

G204

UKD 665.12.665.2 3

<b>WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO</b>	NORMA BRANŻOWA	<b>BN-75</b> <b>6133-04</b>
	<b>Przetwory tłuszczowe</b> <b>Kwasy tłuszczowe</b> <b>z rozszczepienia i destylowane</b>	
	Zamiast BN-68 6133-01 <sup>1)</sup>	
	Grupa katalogowa XII 18	

### 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy są kwasy tłuszczowe pochodzenia zwierzęcego otrzymane z rozszczepienia tłuszczów oraz kwasy tłuszczowe destylowane zwierzęce i roślinne.

#### 1.2. Określenia

a) Kwasy tłuszczowe z rozszczepienia są to kwasy tłuszczowe otrzymane przez ciśnieniowe lub beciśnieniowe rozszczepienie tłuszczu zwierzęcego w obecności wody.

b) Kwasy tłuszczowe destylowane są to kwasy tłuszczowe otrzymane przez periodyczną lub ciągłą destylację próżniową kwasów tłuszczowych z rozszczepienia i porafinacyjnych.

**1.3. Zakres stosowania normy.** Kwasy tłuszczowe z rozszczepienia i destylowane stosowane są do produkcji środków piorących, myjących, smarów i innych produktów chemizacji tłuszczów. Kwasy

tłuszczowe destylowane stosowane są ponadto do produkcji alkoholi tłuszczowych.

### 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Rodzaje.** W zależności od sposobu otrzymywania i stopnia czystości rozróżnia się dwa rodzaje kwasów tłuszczowych:

- a) kwasy tłuszczowe z rozszczepienia (KTR),
- b) kwasy tłuszczowe destylowane (KTD).

**2.2. Gatunki.** W zależności od jakości rozróżnia się pięć gatunków kwasów tłuszczowych destylowanych oznaczonych liczbami rzymskimi: I, II, III, IV i V.

**2.3. Przykład oznaczenia** kwasów tłuszczowych destylowanych gatunku I:

KWASY TŁUSZCZOWE KTD-I BN-75/6133-04

### 3. WYMAGANIA

wymagania	Rodzaje					
	KTR	KTD				
		Gatunki				
		I	II	III	IV	V
a) Kwasów tłuszczowych, %, nie mniej niż	96,0	99,0	98,5	98,5	98,0	98,0
b) Kwasów nieorganicznych	brak	brak	brak	brak	brak	brak
c) Substancji niezmydlających się, %, nie więcej niż	1,0	1,0	1,0	1,0	1,5	2,0
d) Temperatura krzepnięcia kwasów, °C, nie niższa niż	38,0	39,0	41,0	38,0	35,0 <sup>1)</sup>	-
e) Barwa w skali jodowej, mg J/100 cm <sup>3</sup> roztworu, nie więcej niż	489	21	16	16	76	100
f) Liczba neutralizacji, nie niższa niż	180	200	190	190	190	180
g) Liczba zmydlenia w granicach	200÷210	-	200÷210	200÷210	195÷215	185÷205
h) Liczba estrowa, nie wyższa niż	-	3	-	-	-	-
i) Liczba jodowa w granicach	40÷55	45÷60	45÷55	40÷55	40÷65	65÷120
j) Wody, %, nie więcej niż	2	0,2	1,0	1,0	1,5	1
k) Popiołu, ppm, nie więcej niż	-	200	-	-	-	200
l) Żelaza, ppm, nie więcej niż	-	5	-	-	-	-

<sup>1)</sup> W części dotyczącej kwasów z rozszczepienia i destylowanych.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Chemii Gospodarczej  
 Ustanowiona przez Dyrektora ZPChG POLLENA dnia 31 lipca 1975 r.  
 jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 października 1976 r.  
 (Dz. Norm. i Miar nr 14/1976 poz. 48)

cd. tablicy

Wymagania	Rodzaje					
	KTR	KTD				
		Gatunki				
		I	II	III	IV	V
l) Siarki, ppm, nie więcej niż	-	25	-	-	-	-
m) Fosforu, %	-	brak	-	-	-	-
n) Chloru	-	brak	-	-	-	-
o) Zanieczyszczeń nierozpuszczalnych, %, nie więcej niż	brak	brak	brak	brak	brak	brak
p) Udział kwasów tłuszczowych, % wag.						
C <sub>10</sub> i niższe, nie więcej niż	-	0,2	-	-	-	-
C <sub>12</sub> , nie więcej niż	-	0,5	-	-	-	-
C <sub>20</sub> i wyższe nie więcej niż	-	5,5	-	-	-	-

1) Dla produkcji mydeł do prania nie mniej niż 38.

#### 4. PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Przechowywanie. Kwasy tłuszczowe należy przechowywać w zbiornikach zamkniętych, aluminiowych lub ze stali kwasoodpornej, zaopatrzonych w sprawne elementy grzejne.

4.2. Transport. Kwasy tłuszczowe należy transportować w cysternach aluminiowych lub ze stali kwasoodpornej, zaopatrzonych w sprawne elementy grzejne. Dopuszcza się transport kwasów tłuszczowych w innych opakowaniach po uprzednim uzgodnieniu pomiędzy odbiorcą i dostawcą.

#### 5. BADANIA

##### 5.1. Program badań

##### 5.1.1. Badania pełne obejmują:

- oznaczanie zawartości kwasów tłuszczowych (3 a),
  - sprawdzenie nieobecności kwasów nieorganicznych (3 b),
  - oznaczanie zawartości substancji niezmydlających się (3 c),
  - oznaczanie temperatury krzepnięcia kwasów (3 d),
  - oznaczanie barwy w skali jodowej (3 e),
  - oznaczanie liczby neutralizacji (3 f),
  - oznaczanie liczby zmydlenia (3 g),
  - wyliczenie liczby estrowej (3 h),
  - oznaczanie liczby jodowej (3 i),
  - oznaczanie zawartości wody (3 j),
  - oznaczanie zawartości popiołu (3 k),
  - oznaczanie zawartości żelaza (3 l),
  - oznaczanie zawartości siarki (3 ł),
  - oznaczanie zawartości fosforu (3 m),
  - sprawdzenie nieobecności chloru (3 n),
  - oznaczanie zawartości zanieczyszczeń nierozpuszczalnych (3 o),
  - oznaczanie składu kwasów tłuszczowych (3 p).
- Badania pełne należy wykonywać w przypadkach sporu lub na żądanie organów kontroli i nadzoru.

W celach kontrolnych Zakład wykonywać ma badania pełne raz w kwartale.

##### 5.1.2. Badania niepełne obejmują:

- oznaczanie zawartości kwasów tłuszczowych,
- oznaczanie obecności kwasów nieorganicznych,
- oznaczanie substancji niezmydlających się,
- oznaczanie temperatury krzepnięcia kwasów,
- oznaczanie barwy w skali jodowej,
- oznaczanie liczby kwasowej,
- oznaczanie liczby zmydlenia,
- oznaczanie składu kwasów tłuszczowych<sup>1)</sup>.

Badania niepełne należy wykonywać dla każdej partii produktu.

5.2. Wielkość partii. Za partię należy uznać ilość jednego i tego samego produktu w cysternie, przedstawioną odbiorcy przez dostawcę lub producenta do odbioru.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Z każdej partii kwasów tłuszczowych należy pobrać próbki pierwotne wg PN-67/C-04500 p.5 w takich ilościach, aby na każde 500 kg kwasów tłuszczowych przypadało 200 cm<sup>3</sup> próbki. Przed pobraniem próbki z cysterny należy zawartość cysterny podgrzać do temperatury około 50°C, a próbki pobierać w jednakowych porcjach z dwóch poziomów próbnikiem 1 lub 7 wg PN-74/C-60008.

Średnią próbkę laboratoryjną należy przygotować z próbki ogólnej wg PN-67/C-04500.

##### 5.4. Opis badań

5.4.1. Oznaczanie zawartości kwasów tłuszczowych wykonać wg BN-64/6130-01.

5.4.2. Sprawdzenie nieobecności kwasów nieorganicznych. Do około 100 g kwasów tłuszczowych dodać 30 cm<sup>3</sup> wody destylowanej i ogrzewać w zlewce przez około 5 min w temperaturze około 80°C, mieszając zawartość zlewki pręcikiem szklanym. Na-

<sup>1)</sup> Oznaczenie wykonać na żądanie odbiorcy.

stępnie mieszaninę przenieść do rozdzielacza, wstrząsnąć przez około 5 s i pozostawić do rozdzielenia się warstw. Warstwę wodną spuścić do kolby i dodać kilka kropel oranżu metylowego. Brak zabarwienia świadczy o nieobecności kwasów nieorganicznych.

5.4.3. Oznaczenie zawartości substancji niezmydlających się wykonać wg PN-61/A-86917.

5.4.4. Oznaczenie temperatury krzepnięcia kwasów wykonać wg PN/C-04018.

5.4.5. Oznaczenie barwy w skali jodowej wykonać wg PN-58/C-04526.

5.4.6. Oznaczenie liczby neutralizacji

5.4.6.1. Odczynniki

a) Wodorotlenek potasowy cz.d.a., roztwór 0,5 N w alkoholu etylowym 96-procentowym.

b) Mieszanina alkoholu etylowego 96-procentowego i eteru etylowego 1+1 (obj.) zobojętniona wodorotlenkiem potasowym wobec fenoloftaleiny.

c) Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.

d) Siarczan sodu bezwodny cz.d.a.

5.4.6.2. Przygotowanie próbki do oznaczenia. Ze stopionej średniej próbki pobrać około 30 g kwasów tłuszczowych do zlewki, podgrzać na łaźni wodnej do temperatury około 60°C, dodać około 5 g bezwodnego siarczanu sodu, wymieszać przecikiem szklanym i przesączyć przez suchy sącdek z bibuły do suchej kolbki. Zaleca się stosowanie lejka ogrzewanego.

5.4.6.3. Wykonanie oznaczenia. Z próbki przygotowanej wg 5.4.6.2 odważyć w kolbie pojemności 250 cm<sup>3</sup> około 2 g kwasów tłuszczowych z dokładnością do 0,001 g, rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> mieszaniny wg 5.4.6.1 b). Próbkę zmiareczkować 0,5 N alkoholowym roztworem wodorotlenku potasowego wobec fenoloftaleiny do lekko różowego zabarwienia utrzymującego się przez około 1 min. Liczbę neutralizacji (LN) obliczyć w miligramach wodorotlenku potasowego na 1 g badanego kwasu wg wzoru

$$LN = \frac{V \cdot 28,055}{m} \quad (1)$$

w którym:

**V** - objętość ściśle 0,5 N roztworu wodorotlenku potasowego zużytego do zmiareczkowania, cm<sup>3</sup>,

**m** - naważka kwasów tłuszczowych, g,

28,055 - ilość miligramów wodorotlenku potasowego zawarta w 10 m<sup>3</sup> 0,5 N roztworu wodorotlenku potasowego.

5.4.6.4. Wynik. Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników 2 równoległych oznaczeń, przy czym różnica nie może być większa niż 0,5 mg KOH/1 g produktu.

5.4.7. Oznaczenie liczby zmydlenia wykonać wg PN-60/A-86916.

5.4.8. Obliczanie liczby estrowej. Liczbę estrową (LE) wyliczyć wg wzoru

$$LE = LZ - LN \quad (2)$$

w którym:

**LZ** - liczba zmydlenia oznaczona wg 5.3.7,

**LN** - liczba neutralizacji oznaczona wg 5.3.6.

5.4.9. Oznaczenie liczby jodowej wykonać wg PN-53/C-04281.

5.4.10. Oznaczenie zawartości wody

5.4.10.1. Aparatura. Zestaw aparatu wg rys. 1.

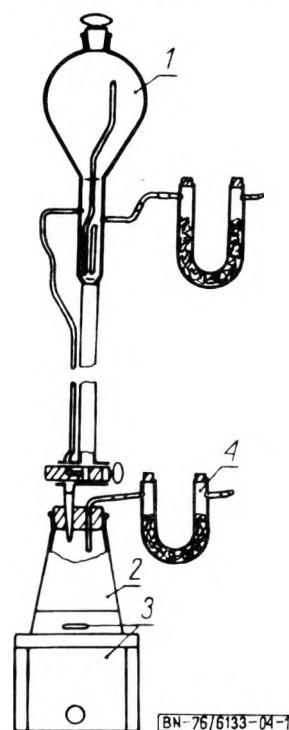
W skład zestawu wchodzi:

a) biureta Derona **1** pojemności 50 cm<sup>3</sup> z podziałką co 0,1 cm<sup>3</sup>,

b) kolba stożkowa **2** pojemności 100 cm<sup>3</sup>,

c) mieszadło elektromagnetyczne **3**,

d) rurki absorpcyjne **4** z chlorkiem wapnia.



Rys. 1. Schemat aparatu do oznaczania wody

5.4.10.2. Odczynniki

a) Alkohol metylowy cz.d.a. odwodniony w następujący sposób. Do suchej kolby okrągłodennej ze szlifem pojemności 3 dm<sup>3</sup> odważyć 8 g wiórków magnezowych cz.d.a. i 0,8 g jodu cz.d.a. resublimowanego. Kolbę połączyć z chłodnicą, wprowadzać do kolby 100 cm<sup>3</sup> alkoholu metylowego, po czym chłodnicę zabezpieczyć rurką absorpcyjną z chlorkiem wapnia. Zawartość kolby podgrzewać stopniowo na łaźni wodnej, utrzymując równomierną szybkość reakcji przez 5-6 godz. Po całkowitym przereagowaniu magnezu dodać przez chłodnicę 1400 cm<sup>3</sup> alkoholu i ogrzewać przez 1 godz na wrzącej łaźni wodnej. Następnie alkohol przedestylować na aparaturze z kolumną rektyfikacyjną, zmontowaną na szlif, do suchego odbieralnika zabezpieczonego rurką absor-

pcyjną z chlorkiem wapnia, odrzucając frakcję poniżej 64°C. Odwodniony alkohol przechowywać w suchej butelce z doszlifowanym korkiem uszczelnionym parafiną.

- b) Jod cz.d.a.
- c) Odczynnik Fischera
- d) Wiórki magnezowe cz.d.a.

#### 5.4.10.3. Oznaczenie miana odczynnika Fischera.

Do suchej kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> odważyć około 0,5 g wody destylowanej z dokładnością do 0,002 g. Kolbę dopełnić do kreski odwodnionym alkoholem metylowym, dobrze wymieszać, po czym roztwór przenieść do biurety Derona. 20 cm<sup>3</sup> otrzymanego roztworu odmierzyć do suchej kolby stożkowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>, umieścić w kolbie magnez i natychmiast połączyć ją korkiem z biuretą napełnioną odczynnikami Fischera. Kolbę postawić na płytce mieszała elektromagnetycznego, wprowadzić w równomierny ruch magnez. Miareczkować zawartość kolby odczynnikami Fischera do uzyskania czerwobrazowego zabarwienia utrzymującego się przez 1 min.

W tych samych warunkach wykonać ślepe próbę używając do miareczkowania 20 cm<sup>3</sup> odwodnionego alkoholu metylowego.

Miano odczynnika Fischera ( $X$ ) obliczyć w mg wody/1 cm<sup>3</sup> odczynnika wg wzoru

$$X = \frac{m}{(V_1 - V_2) \cdot 5} \quad (3)$$

w którym:

- $V_1$  - objętość odczynnika Fischera zużyta do miareczkowania 20 cm<sup>3</sup> roztworu, cm<sup>3</sup>,
- $V_2$  - objętość odczynnika Fischera zużyta do miareczkowania ślepej próby, cm<sup>3</sup>,
- $m$  - odważka wody w roztworze, mg.

Należy wykonać co najmniej dwa równoległe oznaczenia. Różnica między wynikami nie może przekraczać 0,1 mg/cm<sup>3</sup>.

#### 5.4.10.4. Wykonanie oznaczenia.

Średnią próbkę badaną odważyć z dokładnością do 0,001 g do suchej kolby stożkowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> w ilości około 10 g dla prób zawierających poniżej 0,5% wody i około 5 g dla prób zawierających 0,5 ÷ 2,0% wody. Następnie dodać z biurety Derona do kolby 20 cm<sup>3</sup> odwodnionego alkoholu metylowego, po czym umieścić w kolbie magnez i natychmiast połączyć ją korkiem z biuretą z odczynnikami Fischera. Po rozpuszczeniu się tłuszczu miareczkować zawartość kolby odczynnikami Fischera do uzyskania czerwobrunatnego zabarwienia utrzymującego się około 1 min. W tych samych warunkach wykonać ślepe próbę.

Zawartość wody ( $X$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(V_3 - V_2) \cdot X}{10 \cdot m_1} \quad (4)$$

w którym:

- $V_3$  - objętość odczynnika Fischera zużyta do miareczkowania badanej próby, cm<sup>3</sup>,
- $V_2$  - objętość odczynnika Fischera zużyta do miareczkowania ślepej próby, cm<sup>3</sup>,
- $X$  - miano odczynnika Fischera, mg/cm<sup>3</sup>,
- $m_1$  - odważka badanej próby, g.

5.4.10.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń. Różnica między oznaczeniami nie powinna być wyższa niż 0,01 dla zawartości wody poniżej 0,5% i 0,05 dla zawartości wody 0,5 ÷ 2,0%.

5.4.11. Oznaczenie zawartości popiołu wykonać wg PN-60/A-86922.

#### 5.4.12. Oznaczenie zawartości żelaza

##### 5.4.12.1. Aparatura

- a) Fotokolorymetr z kuetą o długości drogi optycznej 1,0 cm, wskazane także kuetety - 0,5 i 0,1 cm. Pomiar przy długości fali 530 nm.
- b) Piec muflowy.
- c) Tygły kwarcowe lub porcelanowe pojemności 50 lub 100 cm<sup>3</sup>.

##### 5.4.12.2. Odczynniki i roztwory

- a) Amoniak cz.d.a. - 8 N i 4 N roztwór.
- b) Kwas solny cz.d.a., 20-procentowy roztwór.
- c) Tioglikolan amonowy 8-procentowy roztwór. Otrzymuje się przez zobojętnienie 8 N amoniakiem 10-procentowego roztworu kwasu tioglikolowego cz.d.a.
- d) Woda utleniona cz.d.a.

e) Wzorcowy roztwór żelaza. Odważyć z dokładnością 0,0002 g około 1 g siarczynu żelazowo-amonowego. Ciężar cząsteczkowy ałunu - 248,204, żelaza - 55,85, procentowy udział żelaza wynosi 11,582% wag. Odważkę rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> w wodzie z dodatkiem paru kropli kwasu siarkowego. Bezpośrednio przed użyciem roztwór rozcieńczyć, aby zawierał około 0,1 mg Fe/1 cm<sup>3</sup> i obliczyć dokładną zawartość żelaza w 1 cm<sup>3</sup> roztworu.

##### 5.4.12.3. Sporządzanie krzywej kalibrowania.

Do kolbek pomiarowych pojemności 25 cm<sup>3</sup> kolejno wprowadzić po: 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 i 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego wzorcowego roztworu żelaza. Dodać wody redestylowanej i kolejno odczynniki, jak dla próby badanej. Pomiar absorpcji wykonać względem ślepej próby odczynnikowej, w tych samych kuetach. Na papierze milimetrycznym sporządzić wykres zależności wartości absorpcji od ilości miligramów żelaza w 25 cm<sup>3</sup> badanego roztworu. Wykres powinien być linią prostą przechodzącą przez początek układu współrzędnych. Oznaczone wartości absorpcji powinny być w granicach od 0,1 do 0,6.

Jeżeli podany zakres stężeń wzorcowego roztworu nie odpowiada zakresowi wartości absorpcji od 0,1 do 0,6 należy zmienić ilość mililitrów wzorcowego rozcieńczonego roztworu żelaza lub zastosować kuetety o innej drodze optycznej.



**5.4.12.4. Wykonanie oznaczenia.** Próbkę badaną odważyć w tyglu w ilości zależnej od przewidywanej zawartości żelaza. Ilość żelaza w odważce powinna być w granicach  $0,02 \div 0,2$  mg. Próbę odważyć z dokładnością do  $0,001$  g. Kwasy tłuszczowe mokre należy po zważeniu ustawić na średnio nagrzaną płytce elektrycznej i mieszać, aż do całkowitego wysuszenia. Suchą ogrzaną próbkę zapalić. Spalanie powinno być powolne, płomień nie wyższy niż około 3 cm ponad tygiel. Pozostały smolisty osad dopalić na średnim płomieniu palnika. Następnie wstawić tygiel do pieca muflowego o temperaturze  $700 \div 800^{\circ}\text{C}$ . Trzymać w tej temperaturze, aż do całkowitego spopielenia próby (około 1 godz.). Po całkowitym spopieleniu w tyglu pozostaje brunatny osad, który należy ostrożnie zalać, aby nie wydmuchać osadu,  $2\text{ cm}^3$  kwasu solnego wg p. 5.4.12.2 b) i paru kroplami wody utlenionej wg p. 5.4.12.2 d) i odparować na łaźni wodnej do sucha. Czynność tę powtórzyć, ażeby żelazo całkowicie przeprowadzić w rozpuszczalne chlorki  $\text{Fe}^{+3}$ . Następnie wodą redestylowaną zakwaszoną kwasem solnym wypłukać ilościowo zawartość tygla do kolbki pomiarowej pojemności  $25\text{ cm}^3$ , przy czym objętość roztworu w kolbce nie powinna przewyższać  $18\text{ cm}^3$ .

Do kolbki z rozpuszczoną próbą badaną kolejno dodać:  $1\text{ cm}^3$  tioglikolanu amonu (wg 5.4.12.2 c),  $5\text{ cm}^3$  4 N roztworu amoniaku, pH roztworu powinno wynosić  $9 \div 10$ , a w miarę potrzeby należy dodać amoniaku i dopełnić wodą redestylowaną do kreski. Roztwór starannie wymieszać. Najkorzystniej całość przelać do zlewki. Otrzymane czerwono-fioletowe zabarwienie jest trwałe przez kilka godzin. Równoległe z próbą właściwą wykonać ślepa próbę odczynnikową. Pomiar absorpcji próby badanej należy wykonać względem próby ślepej w kuetkach o drodze optycznej  $1\text{ cm}$  lub mniejszej, na spektrofotometrze przy długości fali  $530\text{ nm}$  zmierzyć absorpcję z dokładnością do  $0,001$  jednostki. Najdokładniejsze są pomiary w granicach od  $0,1$  do  $0,5$  wartości absorpcji. Z otrzymanej wielkości absorpcji, posługując się krzywą kalibrowania, odczytać zawartość żelaza w miligramach.

Zawartość żelaza ( $X$ ) obliczyć w mg/kg wg wzoru

$$X = \frac{m_1 \cdot 1000}{m} \quad (5)$$

w którym:

- $m_1$  - zawartość żelaza odczytana z krzywej kalibrowania, mg,
- $m$  - odważka próbki, g.

**5.4.12.5. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń.

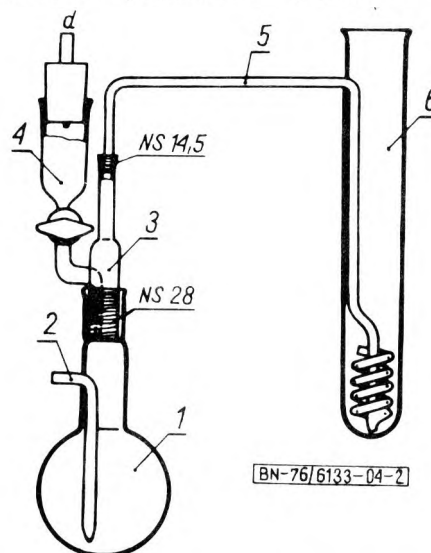
#### 5.4.13. Oznaczanie zawartości siarki

##### 5.4.13.1. Aparatura.

Zestaw szklany wg rys. 2.

- a) kolbka 1 pojemności  $250\text{ cm}^3$  z wtopioną rurką 2,

- b) nasadka 3 z wtopionym zasobnikiem 4,
- c) rurka zgięta 5,
- d) naczynko absorpcyjne 6,
- e) mikrobiureta pojemności  $2 \div 5\text{ cm}^3$ .



Rys. 2. Schemat aparatury do oznaczania siarki

##### 5.4.13.2. Odczynniki i roztwory

- a) Aceton cz.d.a.
- b) Azot sprężony z butli.
- c) Alkohol izopropylowy cz.d.a.
- d) Dwufenylokarbazon cz. ( $0,1\text{ g}$  dwufenylokarbazonu rozpuścić w  $100\text{ cm}^3$  acetonu cz.d.a.).
- e) Kwas solny cz.d.a. - roztwór  $1,5$  kwasu solnego +  $1$  wody (obj.).
- f) Octan rtęci  $0,4045\text{ g}$  tlenku rtęci cz.d.a. rozpuścić w  $50\text{ cm}^3$  2-procentowego roztworu kwasu octowego i dopełnić do  $2\text{ dm}^3$  wodą destylowaną.
- g) Stop Raney'a.
- h) Wodorotlenek sodu cz.d.a. -  $2,5\text{ N}$  roztwór.
- i) Wodorotlenek sodu cz.d.a. -  $1\text{ N}$  roztwór.
- j) Wodór sprężony z butli.

##### 5.4.13.3. Wykonanie oznaczenia.

Do kolby 1 odważyć  $300\text{ mg}$  stopu Raney'a i dodać  $10\text{ cm}^3$  wodorotlenku sodu wg 5.4.13.2 i). Kolbkę wstawić do łaźni wodnej o temperaturze  $75 \div 80^{\circ}\text{C}$  na  $10 \div 15$  min do chwili zaprzestania wydzielania się wodoru. Następnie roztwór zdekantować, a pozostały na dnie katalizator przemyć najpierw dwukrotnie  $20\text{ cm}^3$  wody destylowanej, a potem 2 razy po  $10\text{ cm}^3$  alkoholu izopropylowego. Do kolby z przemytym katalizatorem dodać  $10\text{ cm}^3$  alkoholu izopropylowego i odważyć próbkę  $10 \div 50\text{ g}$  badanych kwasów. Nałożyć nasadkę 3 natłuszczając połączenia szlifowane smarem silikonowym i połączyć rurką wprowadzającą 2 do przewodu z wodorem. Jednocześnie do naczynka absorpcyjnego 6 dodać  $10\text{ cm}^3$  wodorotlenku sodu i  $10\text{ cm}^3$  acetonu, a wylot spirali podłączyć do azotu. Wodór i azot przepuszcza się przez roztwory z szybkością  $1 \div 2$  bańki na sekundę. Kolbę podgrzewać, tak aby po  $10 \div 15$  min zawartość łagodnie wrzała, a całkowity czas odsiarczania (od początku ogrzewania) wynosił  $30\text{ min}$ . Po tym czasie przer-

wać ogrzewanie, odłączyć dopływ azotu, a naczynko 6 za pomocą węża plastikowego połączyć z rurką 5 znajdującą się na nasadce 3.

Do zasobnika 4 wprowadzić 10 cm<sup>3</sup> kwasu solnego wg 5.4.13.2 e) i kroplami dozować go do kolbki 1 zwiększając dopływ wodoru. Jednocześnie do roztworu w naczynku absorpcyjnym dodać 2 krople roztworu wg 5.4.13.2 d) i z mikrobiurety kroplę roztworu octanu rtęciowego, roztwór przybiera barwę różową. Po dodaniu całkowitej ilości kwasu solnego wznowić ogrzewanie łaźni, utrzymując zawartość kolby w stanie wrzenia. W obecności siarki zabarwienie roztworu absorbującego zmienia się z różowego na żółte, które trzeba natychmiast odmiareczkować roztworem octanu rtęciowego wg 5.4.13.2 f) do barwy różowej. Po upływie około 30 min pod koniec oznaczania zwiększyć przepływ wodoru w celu porwania z cząsteczkami przepływającego gazu resztę siarkowodoru, po czym zamknąć dopływ i wyłączyć ogrzewanie. Ochłodzenie powoduje zassanie cieczy do spiralki, przez co znajdujące się tam ślady siarkowodoru zostają zaabsorbowane.

Końcowa barwa roztworu w naczyniu 6 powinna być lekko różowa, w przeciwnym razie należy odmiareczkować octanem rtęci. Równolegle należy przeprowadzić próbę kontrolną (bez próby badanej) dla sprawdzenia zawartością siarki w stosowanych odczynnikach.

Zawartość siarki (X) obliczyć w mikrogramach/g wg wzoru

$$X = \frac{30 \cdot (V_1 - V_2)}{m} \quad (6)$$

w którym:

$V_1$  - objętość roztworu octanu rtęciowego zużyta na miareczkowanie badanej próbki, cm<sup>3</sup>,

$V_2$  - objętość roztworu octanu rtęciowego zużyta na miareczkowanie próbki kontrolnej, cm<sup>3</sup>,

$m$  - odważka próbki badanej, g,

30 - ilość mikrogramów siarki odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> roztworu octanu rtęciowego.

5.4.13.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników trzech równoległych oznaczeń.

#### 5.4.14. Oznaczanie zawartości fosforu

##### 5.4.14.1. Aparatura i przyrządy

a) Bibuła filtracyjna Whatman nr 2 lub równorzędna.

b) Elektryczna płyta grzejna.

c) Kolby pomiarowe pojemności 50, 100, 250, 500 cm<sup>3</sup>.

d) Lejek szklany z krótką nóżką, o średnicy 50 mm.

e) Piec mufłowy.

f) Pipety pojemności 2,5, 10, 25 cm<sup>3</sup>.

g) Pipeta Mobra pojemności 10 cm<sup>3</sup>, z podziałką co 0,1 cm<sup>3</sup>.

h) Szkiełko zegarkowe o średnicy 75 mm.

i) Tryskawka z osłoniętymi azbestem, korkiem i

szzyjką.

j) Tygiel typ Vycor pojemności 50 cm<sup>3</sup>.

k) Spektrofotometr z zakresem widzialnym.

##### 5.4.14.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy cz.d.a.

b) Kwas solny cz.d.a.

c) Molibdenian sodu cz.

d) Fosforan jednopotasowy cz. poddać suszeniu przez 2 godz przed użyciem w temperaturze 101°C.

e) Molibdenian sodowy - roztwór. Dodać ostrożnie 140 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego do 300 cm<sup>3</sup> wody destylowanej. Ochłodzić do temperatury 25°C i dodać 12,5 g molibdenianu sodu. Rozcieńczyć do 500 cm<sup>3</sup> wodą destylowaną, wymieszać i pozostawić roztwór co najmniej na 24 godz przed użyciem.

f) Siarczan hydrazyny cz.

g) Siarczan hydrazyny - 0,015-procentowy roztwór.

h) Standardowy roztwór fosforanu jednopotasowego zapasowy. Rozpuścić 1,0967 g fosforanu jednopotasowego w wodzie destylowanej, dopełnić do 250 cm<sup>3</sup> w kolbie pomiarowej i wymieszać.

i) Standardowy roztwór fosforanu jednopotasowego - roboczy. 5 cm<sup>3</sup> roztworu jednopotasowego wg p. 5.4.14.2 h) rozcieńczyć w kolbie pomiarowej do 500 cm<sup>3</sup> wodą destylowaną.

j) Tlenek cynku cz.

k) Wodorotlenek potasu cz.

l) Wodorotlenek potasowy 50-procentowy roztwór.

##### 5.4.14.3. Sporządzenie krzywej kalibrowania.

Pobrać pipetą 1, 2, 4, 6, 8 i 10 cm<sup>3</sup> standardowego roztworu roboczego do kolby pomiarowej pojemności 50 cm<sup>3</sup>. Wszystkie próby rozcieńczyć 10 cm<sup>3</sup> wody destylowanej, stosując do tego kalibrowaną pipetę, dodać kolejno 8,0 cm<sup>3</sup> roztworu siarczanu hydrazyny i 2,0 cm<sup>3</sup> roztworu molibdenianu sodowego. Roztwór przelać do suchej kuwety i zmierzyć absorpcję wobec kuwety zawierającej wodę destylowaną. Otrzymane odczyty odpowiadają stężeniu 0,01, 0,02, 0,04, 0,06, 0,08 i 0,10 mg fosforu. Następnie nanieść wartość odczytanych absorpcji odpowiadającej każdemu ze stężeń na papier milimetrowy.

5.4.14.4. Wykonanie oznaczania. Odważyć 3,0 ÷ 3,2 g kwasów tłuszczowych z dokładnością do 0,001 g w tyglu Vycor. Do tygla dodać 0,5 g tlenku cynku i ogrzewać powoli na płycie elektrycznej dopóki próbka nie przestanie pęcznieć, a następnie stopniowo zwiększać ogrzewanie, doprowadzić próbkę do całkowitego zwęglenia, po czym tygiel umieścić na 2 godz w piecu mufłowym w temperaturze 550 ÷ 600°C. Tygiel wyjąć z pieca i ochłodzić do temperatury 25°C. Do pozostałości w tyglu dodać 5 cm<sup>3</sup> wody destylowanej i 5 cm<sup>3</sup> kwasu solnego. Tygiel przykryć szkiełkiem zegarkowym i łagodnie ogrzewać do wrzenia, utrzymując wrzenie przez 5 min. Następnie zawartość tygla odfiltrować do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>, a ścianki tygla i szkiełko zegarkowe przemyć wodą.

Mycie należy wykonać silnym strumieniem gorącej wody z tryskawki 4 razy po 5 cm<sup>3</sup>. Otrzymany roztwór ochłodzić do temperatury 25°C i zneutralizować, aż do powstania słabego zmętnienia przez wkraplanie 50-procentowego roztworu wodorotlenku potasu. Następnie dodać kroplami kwas solny, aż do rozpuszczenia osadu tlenku cynku i dodać jeszcze 2 krople kwasu. Zawartość kolby rozcieńczyć wodą destylowaną do 100 cm<sup>3</sup> i wymieszać. Pobrać pipetą 10 cm<sup>3</sup> roztworu i przenieść do suchej kolby pomiarowej pojemności 50 cm<sup>3</sup>, następnie dodać 8,0 cm<sup>3</sup> roztworu siarczanu hydrazyny oraz 2,0 cm<sup>3</sup> roztworu molibdenianu sodowego. Kolbę zakorkować i wstrząsnąć 2 ÷ 3 razy, po czym wyjąć korek i ogrzać przez 10 ± 0,5 min na wrzącej łaźni wodnej. Kolbę wyjąć z łaźni i ochłodzić do temperatury 25 ± 5°C w kąpielii wodnej. Próbę uzupełnić do 50 cm<sup>3</sup> wodą destylowaną i zamieszać. Roztwór przelać do suchej kuwety i zmierzyć absorpcję przy 650 nm na spektrofotometrze, wobec kuwety zawierającej wodę destylowaną. Równocześnie należy wykonać ślepa próbę bez dodatku kwasów tłuszczowych. Odczytać zawartość fosforu w badanej i ślepej próbce z wykresu zależności absorpcji od stężenia.

Zawartość fosforu (X) obliczyć w procentach wg wzoru:

$$X = \frac{10 (m_1 - m_2)}{m \cdot V} \quad (7)$$

w którym:

$m_1$  - zawartość fosforu w próbce badanej, mg,

$m_2$  - zawartość fosforu w próbce ślepej, mg,  
 $m$  - odważka badanej próbki, g,  
 $V$  - objętość badanego roztworu, cm<sup>3</sup>.

5.4.14.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników 3 równoległych oznaczeń.

5.4.15. Sprawdzenie nieobecności chloru. Drut z czystej miedzi o średnicy 1 mm i długości 4 ÷ 5 cm wyżarzyć w płomieniu palnika Bunsena, aż do zniknięcia zielonego zabarwienia płomienia. Następnie zanurzyć drut w badanej próbce i ponownie wprowadzić go do płomienia. Brak zielonego zabarwienia płomienia wskazuje na nieobecność chloru w badanej próbce.

5.4.16. Oznaczanie zawartości zanieczyszczeń nierozpuszczalnych wykonać wg PN-73/A-86931.

5.4.17. Oznaczanie składu kwasów tłuszczowych metodą chromatografii gazowej wykonać wg BN-76/6130-03.

5.5. Ocena wyników badań. Partię kwasów tłuszczowych należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań próbki pobranej wg 5.3 odpowiadają wymaganiom podanym w rozdz. 3. Wyniki obliczeń należy interpretować zgodnie z PN-70/N-02120, Metoda Z.

5.6. Zaświadczenie o wynikach badań. Wytwórca jest obowiązany przedstawić zaświadczenie zgodności każdej partii z wymaganiami normy.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Instytut Chemii Przemysłowej.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-68/6133-01. Wprowadzono dodatkowe oznaczenia: oznaczenie liczby zmydlenia, oznaczenie liczby estrowej, oznaczenie liczby jodowej, oznaczenie zawartości wody, oznaczenie zawartości żelaza, oznaczenie zawartości siarki, oznaczenie zawartości fosforu, określenie obecności chloru, określenie zanieczyszczeń nierozpuszczalnych oraz oznaczenie składu kwasów tłuszczowych.

#### 3. Normy związane

PN-60/A-86916 Tłuszcze roślinne jadalne. Metody badań. Oznaczanie liczby zmydlenia  
 PN-61/A-86917 Tłuszcze roślinne jadalne. Metody badań. Oznaczanie substancji niezmydlających się  
 PN-60/A-86922 Tłuszcze roślinne jadalne. Metody badań. Oznaczanie zawartości popiołu

PN-73/A-86931 Tłuszcze roślinne jadalne. Metody badań.

Oznaczanie zanieczyszczeń nierozpuszczalnych  
 PN/C-04018 Przetwory naftowe. Temperatura krzepnięcia. Pomiar metodą Żukowa

PN-53/C-04281 Tłuszcze techniczne. Liczba jodowa. Oznaczanie

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

PN-58/C-04526 Określenie barwy za pomocą skali jodowej

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

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

BN-64/6130-01 Tłuszcze techniczne. Oznaczanie ogólnej zawartości kwasów tłuszczowych lub żywicznych metodą eterową

BN-76/6130-03 Oznaczanie składu kwasów tłuszczowych metodą chromatografii gazowej

4. Autorzy projektu normy - dr Maria Bełdowicz, dr inż. Krystyna Cegiłowska - Instytut Chemii Przemysłowej.