

WYROBY PRZEMYSŁU SPOŻYWCZEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-64 8050-01
	Katalizator nikłowy mrówczanowy	
		Grupa katalogowa XII 60

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest katalizator nikłowy mrówczanowy stosowany do uwodorniania olejów.

1.2. Określenia. Katalizator nikłowy mrówczanowy jest to zawiesina metalicznego niklu w uwodornionym tłuszczu.

1.3. Oznaczenie

KATALIZATOR NIKŁOWY MRÓWCZANOWY

BN-64/8050-01

1.4. Normy związane

PN-60/A-86920 Tłuszcze roślinne jadalne. Metody badań.
Oznaczanie współczynnika załamania światła

2. WYMAGANIA

Cechy	Wymagania
Wygląd	płatki lub bryły jednorodne w swej masie
Barwa	czarna
Temperatura mięknięcia, °C, co najmniej	50
Zawartość niklu, % wag.	8 ± 1
Aktywność, co najmniej	250

3. OPAKOWANIE, PRZECCHOWYWANIE I TRANSPORT

3.1. Opakowanie bezpośrednie katalizatora nikłowego mrówczanowego stanowią: worki, skrzynki drewniane wyłożone papierem oraz beczki wyłożone papierem. Opakowanie powinno być czyste i suche.

Opakowanie jednostkowe powinno być zaopatrzone w etykiety zawierające następujące dane:

- nazwę lub znak wytwórni i adres,
- masę netto,
- oznaczenie wg 1.3,

d) datę produkcji,

e) numer partii.

3.2. Przechowywanie. Katalizator nikłowy mrówczanowy powinien być przechowywany w czystych, suchych i chłodnych magazynach.

3.3. Transport. Katalizator nikłowy mrówczanowy należy przewozić suchymi, krytymi środkami transportu.

4. BADANIA

4.1. Pobieranie i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Z partii katalizatora składającej się z jednostkowych opakowań (worki, skrzynki, beczki) wybrać losowo opakowania wg poniższej tablicy:

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, z których należy pobrać próbki
do 3	3
$4 \div 6$	3
$7 \div 10$	4
$11 \div 20$	5
$21 \div 50$	8
$51 \div 100$	9
powyżej 100	11

Z każdego wylosowanego opakowania pobrać 3 próbki z góry, z dołu i ze środka.

a) Z katalizatora w bryłach należy pobrać próbki ze świeżego przetomu, przy pomocy wygiętej tarki do jarzyn, w ilości po 20 g każda. Przetom powinien być prostopadły do poziomych płaszczyzn otrzymanych przy zastyganiu katalizatora i musi reprezentować wszystkie warstwy.

b) Z katalizatora w płatkach należy pobrać szufelką próbki po 50 g każda.

Wszystkie próbki pobrane z danej partii należy rozdrobnić, dokładnie wymieszać i zmniejszyć metodą krzyżową do 300 g. Końcowa wielkość ziarna nie powinna przekraczać 3 mm.

Zjednoczenie Przemysłu Olejarskiego
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Olejarskiego dnia 14 stycznia 1964 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 11 kwietnia 1964 r.
(Mon. Pol. nr 24/1964 poz. 109)

Tak sporządzoną średnią próbkę należy przesypać do 3 czystych, suchych słoików i zaopatrzyć w etykiety, zawierające następujące dane:

- a) nazwę lub znak wytwórni i adres,
- b) oznaczenie wg 1.3,
- c) wielkość partii,
- d) datę pobrania próbki,
- e) nazwisko i podpis pobierającego próbki.

4.2. Oznaczanie zawartości niklu

4.2.1. Aparatura i przyrządy

- a) Dwa tygle porcelanowe 40 x 55 lub zbliżone,
- b) Dwa palniki gazowe, dwa trójnogi, dwie siatki z azbestem, dwa trójkąty do wyprężania tygli,
- c) Piec muflowy,
- d) Dwie zlewki pojemności 600 cm³,
- e) Dwie zlewki pojemności 250 cm³,
- f) Kolba pomiarowa pojemności 250 cm³,
- g) Pipeta 100 cm³,
- h) Cztery szkiełka zegarkowe o średnicy około 10 cm,
- i) Pręciki szklane,
- j) Dwa cylindry pomiarowe pojemności 50 cm³,
- k) Tryskawka pojemności 500 cm³,
- l) Dwa tygle sączące Schotta G3 lub G4,
- m) Dwie kolby ssawkowe, dwa gumowe pierścienie uszczelniające,
- n) Próżniowa pompa wodna,
- o) Węże gumowe,
- p) Suszarka z termoregulacją 110 ÷ 120°C.

4.2.2. Odczynniki

- a) Kwas solny roztwór 1:1,
- b) Woda amoniakalna około 25-procentowa,
- c) 1-procentowy roztwór dwumetylogliksymu w 80-procentowym roztworze alkoholu etylowego,
- d) Kwas winowy 50-procentowy.

4.2.3. Wykonanie oznaczania. Próbkę dobrze wymieszanego katalizatora zawierającą około 0,06 g Ni (0,6 g 10-procentowego katalizatora) odważyć w tyglu z dokładnością do ± 0,001 g. Po spaleniu próbki na palniku wyprężyć ją w temperaturze około 700°C przez 0,5 h.

Po ostudzeniu tygiel z zawartością wygotować w 80 cm³ kwasu solnego w zlewce pojemności 600 cm³, przykrytej szkiełkiem zegarkowym, do całkowitego rozpuszczenia niklu. Po ostudzeniu wyjąć tygiel i spłukać z niego resztki płynu wodą destylowaną do zlewki. Dodać kilka kropli roztworu kwasu winowego, 80 cm³ wody destylowanej i zobojętnić wodą amoniakalną dodając niewielki jej nadmiar.

W przypadku obecności zmełnienia lub osadu przesączyć przez sączek z bibuły i dokładnie przemyć sączek z osadem gorącą wodą. Przezrysty płyn lekko zakwasić kwasem solnym i przenieść go ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³, uzupełniając po ochłodzeniu wodą destylo-

waną do kreski. Pobrać z kolby pipetą 100 cm³ roztworu i przenieść go do zlewki pojemności 250 cm³. Ogrzać płyn w zlewce do około 80°C i dodać 50 cm³ roztworu dwumetylogliksymu. Potem ostrożnie mieszając dodawać wodę amoniakalną do wystąpienia lekko alkalicznej reakcji (wyróżny, ale słaby zapach) i ogrzewać przez 1 h w temperaturze około 80°C.

Wytrącony osad odsączyć na tyglu Schotta pod próżnią (na początku kilka kropli przesączyć bez próżni) i przemywać porcjami gorącej wody do chwili braku dodatniej reakcji wody przemywanej na jony Cl (HNO₃ + AgNO₃).

Sprawdzić brak jonów niklu w przesączu (roztwór dwumetylogliksymu i ogrzanie).

Tygiel z osadem suszyć w suszarce w temperaturze 110 ÷ 120°C do stałej masy (tygiel musi mieć znaną wagę). Pierwsze ważenie po 1 h suszenia.

4.2.4. Obliczanie wyniku. Zawartość niklu w katalizatorze obliczyć w procentach wg wzoru

$$Ni = \frac{250 \cdot 0,2032 \cdot a}{100 \cdot b} \cdot 100 = 50,80 \frac{a}{b}$$

w którym:

- a - masa osadu, g,
- b - odważka katalizatora, g.

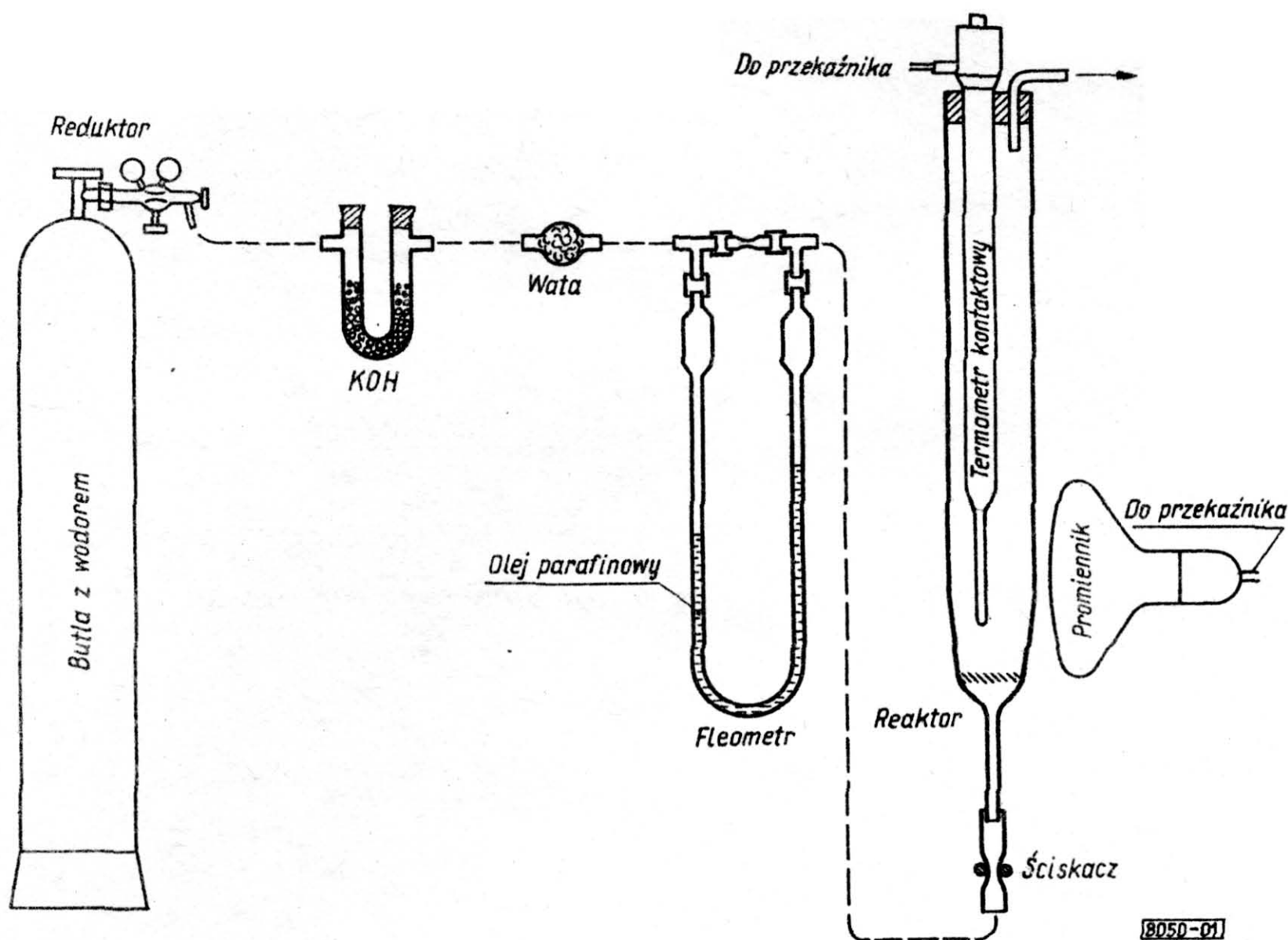
4.2.5. Liczba oznaczeń. Należy wykonać dwa równoległe oznaczania.

4.2.6. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej 2 równoległych oznaczeń, których różnica nie przekracza 0,2%.

4.3. Oznaczanie aktywności

4.3.1. Aparatura i przyrządy

- a) Butla z wodorem elektrolitycznym zaopatrzona w reduktor,
- b) Szklany absorber wypełniony stałym, suchym wodortlenkiem potasu; pojemność absorbera minimum 100 cm³, stosunek wysokości (długości) do średnicy minimum 1:5,
- c) Filtr pyłowy wypełniony watą,
- d) Przepływomierz (fleometr) wycechowany na 2 dm³ wodoru na minutę z dokładnością ± 0,1 dm³/min,
- e) Reaktor wykonany z lejka Schotta 3G2 przez przyspawanie do jego rozszerzonej części rury szklanej o średnicy wewnętrznej równej średnicy wewnętrznej lejka w najszerszej, górnej jego części. Spaw nie powinien zniekształcać wymiarów. Długość przyspawanej rury około 250 ± 10 mm,
- f) Rurki gumowe i szklane służące do połączenia poszczególnych elementów aparatury wg rysunku.



Schemat aparatury do oznaczania aktywności

g) Ściskacz śrubowy na rurce gumowej doprowadzającej wodór do reaktora.

h) Urządzenie grzejne składające się z dwóch promieników podczerwieni, przekaźnika i termometru kontaktowego.

i) Statyw z zamocowaniem dla reaktora i dla promieników.

j) Biureta do odmierzania oleju z kurkiem prostym pojemności 100 cm^3 z podziałką co 2 cm^3 wycechowana na wypływ oleju wzorcowego.

k) Zlewki pojemności 50 i 100 cm^3 .

l) Lejek szklany o średnicy 7 cm .

m) Refraktometr o zakresie $1,4 - 1,5$ z ultratermostatem.

n) Okulary ochronne.

4.3.2. Materiały pomocnicze

a) Wodór elektrolityczny.

b) Olej wzorcowy - olej rzepakowy dający z katalizatorem wzorcowym aktywność minimum 300 .

c) Odczynniki do mycia reaktora:

benzyna ekstrakcyjna,

alkohol etylowy,

woda destylowana,

NaNO_3 + stężony kwas siarkowy.

d) Ziemia bieląca.

e) Bibuła do sączenia.

4.3.3. Wykonanie oznaczania. Oznaczyć współczynnik załamania światła dla oleju wzorcowego w temperaturze 40°C wg PN-60/A-86920.

Odważyć na kawałku białego papieru o gładkiej powierzchni katalizator w ilości $0,4\text{ g}$ z dokładnością do $0,002\text{ g}$. Odmierzyć objętościowo do reaktora 50 g wzorcowego oleju rzepakowego z dokładnością do $0,2\text{ cm}^3$. Dolna nóżka reaktora musi być zabezpieczona węzłem gumowym z zaciśniętym ściskaczem.

Zmontować reaktor, włączyć dopływ i odpływ wodoru. Doprowadzić wodór do aparatury, włączyć ogrzewanie, uregulować przepływ na $2\text{ dm}^3/\text{min}$.

Po osiągnięciu 160°C (na tę temperaturę musi być nastawiony termometr kontaktowy) wsypać katalizator. Kontrolować przepływ wodoru.

Po upływie $30 \pm 0,5\text{ min}$ wyłączyć ogrzewanie, zamknąć dopływ wodoru, zaciśnąć jednocześnie ściskacz pod reaktorem i wymontować reaktor (ze ściskaczem).

Wlać olej do zlewki, wymieszać z około 5 g ziemi bielącej i natychmiast przesączyć niewielką ilość oleju.

Oznaczyć współczynnik załamania światła w temperaturze 40°C wg PN-60/A-86920.

Wymyć reaktor w następującej kolejności: benzyną, alkoholem, wodą, stężonym kwasem siarkowym + NaNO_3 , wodą wodociągową i destylowaną do zaniku reakcji na SO_4 , alkoholem i następnie wysuszyć.

4.3.4. Obliczanie wyniku. Aktywność katalizatora (A) należy obliczyć wg wzoru

$$A = (n_c - n_u) \cdot 100\,000$$

w którym:

n_c - współczynnik załamania światła oleju przed uwodornieniem,

n_u - współczynnik załamania światła oleju po uwodornieniu.

4.3.5. Liczba oznaczeń. Należy wykonać dwa równoległe oznaczania.

4.3.6. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej 2 równoległych oznaczeń, których różnica aktywności nie przekracza 30.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

Uwagi do wydania II. Wprowadzono zmianę ogłoszoną w Biuletynie PKNiM nr 5 z 1977 r.