

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-72
	Surowce lakiernicze	6110-34
	Identyfikacja podstawowych olejów i kwasów tłuszczowych metodą chromatografii cienkowarstwowej	Grupa katalogowa 1029

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest identyfikacja olejów roślinnych i kwasów tłuszczowych metodą chromatografii cienkowarstwowej.

1.2. Zakres stosowania metody. Metodę stosuje się do określania składu jakościowego podstawowych olejów roślinnych i kwasów tłuszczowych, stosowanych jako surowce w przemyśle farb i lakierów.

1.3. Określenia

1.3.1. Chromatografia cienkowarstwowa — metoda chromatograficznego rozdzielania substancji z zastosowaniem adsorbentów prostych lub mieszanych w postaci cienkich warstw uformowanych na płytkach ze szkła lub innego materiału.

1.3.2. Wartość R_f — stosunek odległości środka plamy od startu substancji do odległości czoła rozpuszczalnika od linii startu $R_f = \frac{l_s}{l_r}$ (rysunek).

1.3.3. Droga rozwijania chromatogramu — odległość od linii startu do czoła rozpuszczalnika.

1.3.4. Faza rozwijająca — układ rozpuszczalników, stosowany do rozwijania chromatogramu.

1.3.5. Para krytyczna — substancje charakteryzujące się identycznymi wartościami R_f .

Para taka składa się najczęściej z kwasu nasyconego i nienasyconego. Wśród kwasów tłuszczowych, występujących w olejach roślinnych, istnieją następujące pary krytyczne:

kwas laurynowy — kwas linolenowy,
kwas laurynowy — kwas oleostearynowy,
kwas mirystynowy — kwas linolowy,
kwas palmitynowy — kwas oleinowy,
kwas stearynowy — kwas eikozenowy,
kwas arachidowy — kwas erukowy.

Jakkolwiek kwas laurynowy tworzy pary krytyczne z kwasem linolenowym i oleostearynowym, to w znanych olejach roślinnych, stosowanych w przemyśle lakierniczym, nie występują one razem.

1.3.6. Wywoływanie chromatogramu — uwidaczanie rozdzielanych substancji za pomocą odczynników, dających z substancjami rozdzielanymi związek barwny.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania polega na chromatograficznym rozdzielaniu mieszanin kwasów tłuszczowych i identyfikacji rozfrakcjonowanych składników metodą porównania z wzorcem na zasadzie tzw. par krytycznych za wyjątkiem kwasu rycynolowego porównywanego bezpośrednio z jego wzorcowym odpowiednikiem. Kwas rycynolowy występuje w oleju rycynowym.

2.2. Przyrządy

- Mikropipeta pojemności 0,025 ml.
- Komora do rozwijania chromatogramów, np. akwarium szklane szczelnie zamknięte.
- Kuweta szklana do impregnowania warstw sorbentu.
- Naczynie do wywoływania chromatogramów, np. słoć szklany z doszlifowaną pokrywą.
- Statyw do suszenia cienkich warstw.
- Moździerz porcelanowy o średnicy około 110 mm.
- Płytki szklane, np. 170×180 mm.
- Kolby stożkowe pojemności 300 ml z doszlifowanym korkiem.
- Chłodnica zwrotna ze szlifem.
- Rozdzielacz cylindryczny pojemności 500 ml.

2.3. Odczynniki i materiały

a) Roztwory wzorcowe kwasów tłuszczowych cz., roztwory 0,5-procentowe w benzenie następujących kwasów:

kwas laurynowy,
kwas mirystynowy,
kwas palmitynowy,
kwas stearynowy,
kwas arachidowy,
kwas rycynolowy.

b) Kwas octowy lodowaty cz.d.a.

c) Olej parafinowy farmaceutyczny.

Zjednoczenie Przemysłu Farb i Lakierów
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora ZPFIŁ dnia 6 października 1972 r.
jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą od dnia 1 lipca 1973 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 8/1973, poz. 24)

- d) Jod sublimowany cz.d.a.
- e) Wodorotlenek potasowy cz.d.a., roztwór etanolo-
wy o $c(\text{KOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$.
- f) Kwas siarkowy, roztwór 20%(m/m).
- g) Chlorek barowy, roztwór 10%(m/m).
- h) Eter etylowy.
- i) Siarczan sodowy bezwodny cz.d.a.
- j) Benzen cz.d.a.
- k) Mieszanina do impregnowania sorbentu: przyrzą-
dzić 8%(m/m) roztwór oleju parafinowego w benzenie.
- l) Środek sorbcyjny Kieselgur G (Merch-Darmstadt).

2.4. Przygotowanie warstw sorbentu do oznaczeń.

10,0 g środka sorbcyjnego Kieselgur G rozetrzeć z 30 ml wody destylowanej w moździerzu do uzyskania jednolitej masy, wolnej od grudek i pęcherzyków powietrza. Następnie dodać dalsze 20 ml wody, mieszając wolno. Uzyskaną zawiesinę o płynnej konsystencji rozprowadzić równomiernie po powierzchni płytki szklanej. Powyższa porcja wystarcza na pokrycie 4 płytek szklanych. Pokryte w ten sposób płytki suszyć na powietrzu w ciągu 24 h, chroniąc od zapylenia, po czym impregnować je przez krótkotrwałe zanurzenie w roztworze oleju parafinowego.

2.5. Przygotowanie próbek do oznaczania. Około 1,5 g badanego oleju umieszczonego w kolbie stożkowej rozpuścić w 50 ml benzenu, dodać 50 ml roztworu wodorotlenku potasowego i ogrzewać na łaźni wodnej pod chłodnicą zwrotną w temperaturze $48 \pm 2^\circ\text{C}$ w ciągu 45 min, a następnie w temperaturze $70 \pm 2^\circ\text{C}$ w ciągu 1,5 h. Roztwór oziębić i zakwasić roztworem kwasu siarkowego do $\text{pH} = 2$. Kwasy tłuszczowe oddzielić od pozostałości przez 3-krotną ekstrakcję około 20 ml porcjami eteru etylowego, po czym połączone eterowe roztwory przemywać wodą destylowaną do czasu stwierdzenia nieobecności siarczanów za pomocą roztworu chlorku barowego, osuszyć bezwodnym siarczanem sodowym i oddestylować. Kolbę zawierającą kwasy tłuszczowe umieścić w suszarce próżniowej w temperaturze 60°C i suszyć do uzyskania stałej masy z dokładnością do 0,001 g. Z otrzymanych w ten sposób wolnych kwasów tłuszczowych przygotować 1-procentowe roztwory benzenowe.

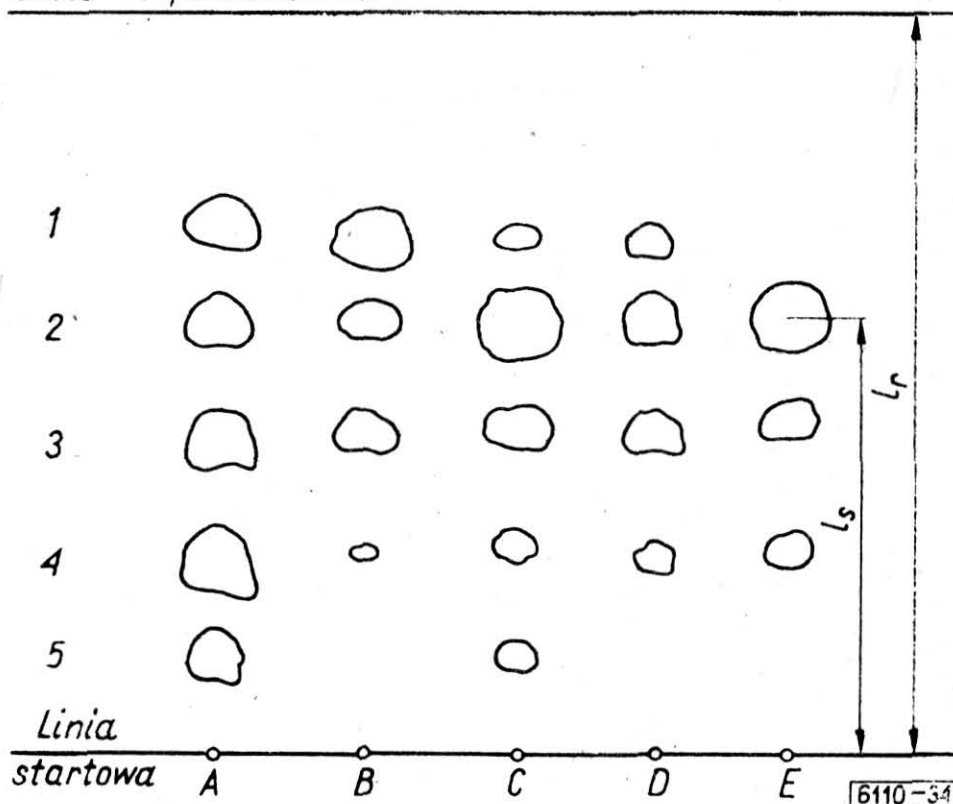
2.6. Wykonanie oznaczania. Na linię startową (rysunek) płytki w odstępach 2 cm nanieść po 0,005 ml roztworów badanych i wzorcowych kwasów tłuszczowych. Chromatogramy rozwijać przez zanurzenie w komorze w układzie rozpuszczalników: kwas octowy lodowaty-woda-olej parafinowy w stosunku objętościowym 8 : 1 : 1, tak długo, aż droga rozwijania chromatogramu będzie wynosiła około 13 cm. Poziomą fazę rozwijającą powinien znajdować się poniżej linii startu płytki. Temperatura otoczenia $20 \pm 2^\circ\text{C}$. Chromatogramy po wyjęciu z komory

rozwijającej należy suszyć na powietrzu do zaniku zapachu kwasu octowego. Płytki z rozfrakcjonowanymi kwasami tłuszczowymi w celu wywołania ich umieścić w naczyniu zamkniętym z jodem. Całość ostrożnie ogrzać na łaźni wodnej. W atmosferze par jodu na powierzchni cienkich warstw zarysowują się plamy białe i brązowe o zróżnicowanej wielkości sygnalizujące obecność kwasów nasyconych i nienasyconych w różnych ilościach.

Identyfikację rozdzielonych kwasów wykonać metodą porównania wartości R_f wzorców oraz substancji oznaczanych.

Pokazany na rysunku chromatogram obrazuje przykładowo składniki elementarne wybranych surowców.

Czołło rozpuszczalnika



Chromatogram. Składniki elementarne następujących surowców:

- A — kwasów tłuszczowych wzorcowych
1 — kwas laurynowy, 2 — kwas mirystynowy, 3 — kwas palmitynowy, 4 — kwas stearynowy, 5 — kwas arachidowy;
- B — kwasów tłuszczowych oleju lnianego
1 — kwas linolenowy, 2 — kwas linolowy, 3 — kwas oleinowy, 4 — kwas stearynowy;
- C — kwasów tłuszczowych oleju sojowego
1 — kwas linolenowy, 2 — kwas linolowy, 3 — kwas oleinowy, 4 — kwas stearynowy, 5 — kwas arachidowy;
- D — kwasów tłuszczowych oleju talowego
1 — kwas linolenowy, 2 — kwas linolowy, 3 — kwas oleinowy, 4 — kwas stearynowy;
- E — kwasów tłuszczowych saflorowych
2 — kwas linolowy, 3 — kwas oleinowy, 4 — kwas stearynowy

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE