

УТВЕРЖДАЮ:



Директор НИОХ СО РАН
профессор, д.ф.-м.н.

Е.Г. Багрянская

« 1 » марта 2024 г.

Отчет по образцу олеиновой кислоты, представленному 17.11.2023

Заказчик: ООО «Завод Углехимии», Новосибирская обл., г. Новосибирск, ул. Широкая, 1а, оф. 205а.

Исполнитель: Новосибирский институт органической химии им. Н.Н. Ворожцова СО РАН, юр. адрес: 630090, г. Новосибирск, пр. Академика Лаврентьева, 9.

1. Описание образца и постановка задачи

На исследование был представлен один образец. Он представлял собой емкость из прозрачного полимерного материала, объемом около 1 дм³, закрытую винтовой крышкой из полимерного материала, почти полностью заполненную полупрозрачной жидкостью коричневого цвета. На емкости имелась наклейка с надписью, выполненной принтером:

ООО «Завод углехимии»

ИНН: 4205293531

тел: 8-800-101-95-02

Олеиновая кислота марки «А»

ТУ 9145-004-16370970-2013 с изм. № 1, 2, 3

от 22.11.2023 г.

Начальник лаборатории

ООО «Завод углехимии» _____ В.М. Григорьев

Вместе с образцом было предоставлено письмо, где ставилась задача охарактеризовать образец по показателям:

- кислотное число, мг КОН/г;
- массовая доля золы;
- массовая доля неомыляемых веществ, %;
- массовая доля жирных кислот в безводном продукте, %.

В качестве нормативной документации при проведении анализов предложено использовать ГОСТ 29039, его и использовали.

2. Результаты измерения кислотного числа

Определение кислотного числа производилось в соответствии с ГОСТ 29039, т.е. методом титрования навески образца кислоты, растворенной в этиловом спирте, аттестованным раствором гидроксида калия КОН концентрацией 0,5 моль/дм³ в спирте. Результаты представлены в табл. 2.1.

Таблица 2.1. Результаты определения кислотного числа образца олеиновой кислоты.

№ опыта	Масса навески образца кислоты, г	Объем раствора КОН, пошедший на титрование, см ³	Результаты расчета кислотного числа	Усредненное значение кислотного числа
1	2,7699	3,37	194,45	194
2	2,8604	3,46	193,40	

3. Результаты измерения массовой доли золы в образце

Определение массовой доли золы в соответствии с ГОСТ 5474, на который ссылается ГОСТ 29039: в подготовленный и взвешенный тигель отвешивалась навеска образца (около 10 г), тигель помещался в песчаную баню, где при помощи беззольного фильтра навеска поджигалась. После выгорания навески образца на дне тигля оставалась черная корка. Тигель переносили в муфельную печь, и, постепенно поднимая температуру до 600 °С, озоляли в течение 4 часов. Затем тигель вынимали, охлаждали и выдерживали в эксикаторе, после чего взвешивали. Затем процедуру прокаливания в муфельной печи повторяли до достижения неизменной массы. Результаты представлены в табл. 3.1.

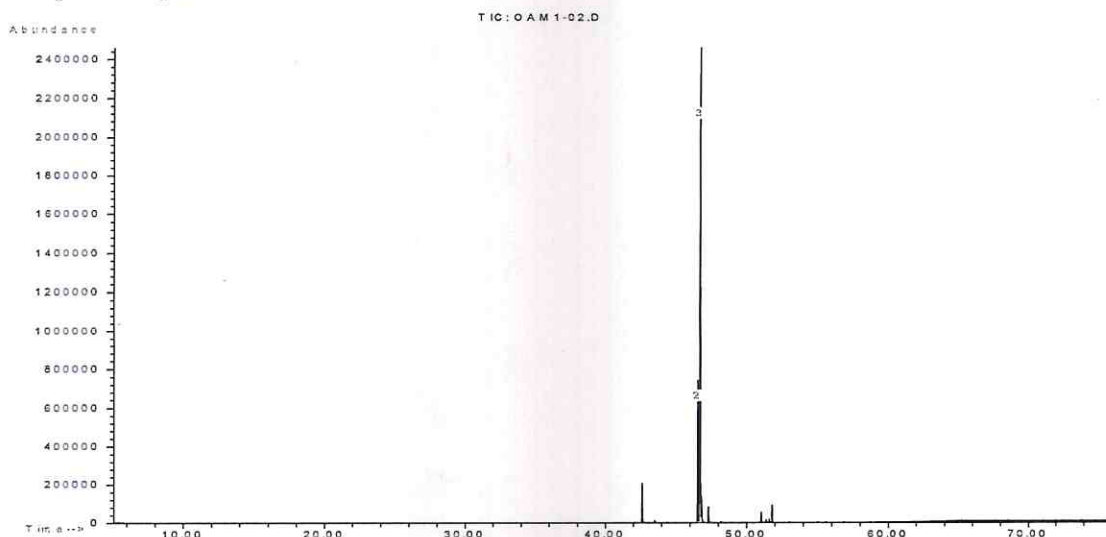
Таблица 3.1. Результаты определения массовой доли золы образца олеиновой кислоты.

№ опыта	Масса навески образца кислоты, г	Масса остатка после прокаливания (золы), г	Результаты расчета массовой доли золы, %	Усредненное значение массовой доли золы, %
1	10,2028	0,0008	0,008	0,007
2	10,0706	0,0005	0,005	

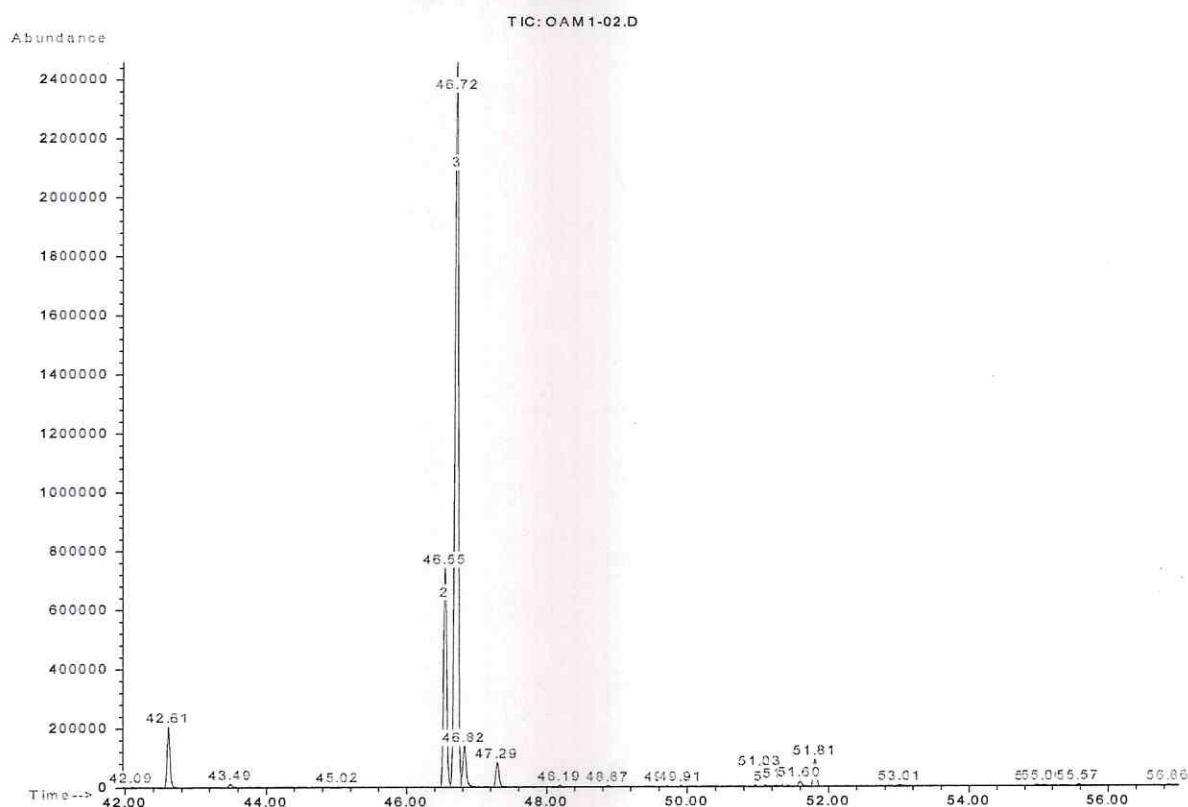
4. Результаты газового хроматографического анализа образца

Для проведения газового хромато-масс-спектрометрического анализа образец был гидролизован (омылен), прометилован и в таком виде, метиловых эфиров, предоставлен на хромато-масс-спектрометрический анализ. В ходе работы по пробоподготовке оказалось, что образец частично застывает при относительно высоких температурах – около 17-18 °С, в то время как чистая олеиновая кислота должна застывать при температуре около 13-14 °С. Это свидетельствует о том, что в составе образца присутствует не только олеиновая кислота, но и другие вещества, имеющие более высокие температуры плавления, например, вакценовая (11-октадеценовая), пальмитиновая, стеариновая кислоты. Для прояснения химического состава образца и проводился данный эксперимент.

Хроматограмма общая:



Вещества в образце имели время выхода в интервале 1-24 мин. Хроматограмма с интегрированными (выделенными) хроматографическими пиками обнаруженных веществ:



Идентификация обнаруженных в образце соединений проходила с использованием базы масс-спектров NIST14.

Состав

Information from Data File:

File : E:\TASKS\POLOVY~1\OLEIC_~1\OAM1-02.D

Operator :

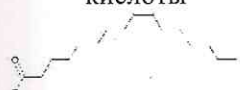
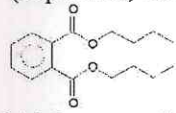
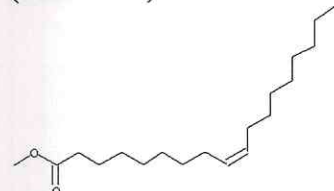
Acquired : 27 Feb 24 4:18 pm using AcqMethod NO_ALS_B

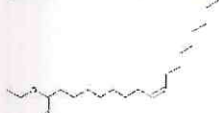
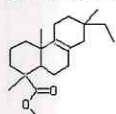
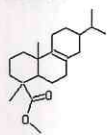
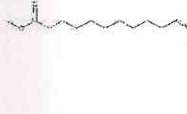
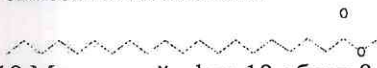
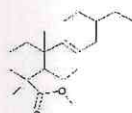
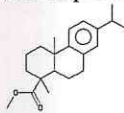
Sample Name: OAM1 Probe 2 1mkl 150:1

Misc Info : HP-5MS inj280 5m40 10d/m280 21min280 ms230

Vial Number: 1

CurrentMeth: C:\HPCHEM\1\METHODS\DEFAULT.M

Время удержания, мин.	Площадь пика, ед.	Площадь пика, %	Наименование соединения
Total Ion Chromatogram			
42.088	5987	0.047	MM=268 Метилловый эфир 9-гексадеценовой кислоты 
42.609	591471	4.636	MM=270 Метилловый эфир гексадекановой (пальмитиновой) кислоты 
43.494	38397	0.301	MM=278 Дибутилловый эфир фталевой кислоты (вероятно, из пластика упаковки) 
45.017	4137	0.032	MM=284 Метилловый эфир гептадекановой кислоты 
46.545	2286224	17.920	MM=296 Метилловый эфир 9,12-октадекадиеновой (линолевой) кислоты 
46.717	8412281	65.937	MM=296 Метилловый эфир 9-октадеценовой (олеиновой) кислоты 
46.819	474568	3.720	MM=296 Метилловый эфир 11-октадеценовой (вакценовой) кислоты 
47.291	262293	2.056	MM=298 Метилловый эфир октадекановой (стеариновой) кислоты 

48.187	15734	0.123	MM=310 Этиловый эфир 9-октадеценовой (олеиновой) кислоты
			
48.873	9914	0.078	MM>165 Алкан
49.710	6419	0.050	MM=318 Метилловый эфир пимаровой кислоты
			
49.914	7493	0.059	MM=318 Метилловый эфир 13-бета-абиет-8-еновой кислоты
			
51.035	194074	1.521	MM=324 Метилловый эфир 11-эйкозеновой кислоты
			
51.255	8088	0.063	MM=318 ~Метилловый эфир производной абиетеновой кислоты
51.383	45676	0.358	MM=326 Метилловый эфир эйкозановой кислоты
			
51.598	54721	0.429	MM=318 Метилловый эфир 18-абиет-8-еновой кислоты
			
51.807	280217	2.196	MM=314 Метилловый эфир дегидроабиетиновой кислоты
			
53.014	17195	0.135	MM>253 ~Алкан
54.972	11056	0.087	MM=282 Эйкозан
55.063	11319	0.089	MM=352 Метилловый эфир 11-докозеновой кислоты
			
55.572	13833	0.108	MM=354 Метилловый эфир докозановой (бегеновой) кислоты
			
56.860	7020	0.055	MM>327 ~Алкан

Т.е. в результате метилирования все, что могло быть переведено в эфиры – перешло в эфиры, свободных кислот не обнаружено.

5. Определение массовой доли неомыляемого остатка в образце олеиновой кислоты

Определение массовой доли неомыляемого остатка (НО) производилось в соответствии с ГОСТ 5479-2023, т.е. методом гидролиза навески образца, растворенного в этиловом спирте, аттестованным раствором гидроксида калия КОН концентрацией 2 моль/дм³ в спирте. Результаты представлены в табл. 5.1.

Таблица 5.1. Результаты определения массовой доли НО образца олеиновой кислоты.

№ опыта	Масса навески образца кислоты, г	Масса неомыляемого остатка (НО) после высушивания, г	Результаты расчета массовой доли НО, %	Усредненное значение массовой доли НО, %
1	2,080	0,0244	1,117	1,065
2	2,102	0,0213	1,013	

Если пользоваться терминологией заявки, то массовая доля неомыляемых веществ в образце составляет 1,065%.

6. Определение массовой доли жирных кислот в образце

Определение массовой доли жирных кислот в образце происходило в соответствии с ГОСТ 29039. Она определяется по формуле:

$$X = 100 - (X_1 + X_2),$$

где:

X – массовая доля жирных кислот в образце, %;

X₁ – массовая доля золы в образце, %

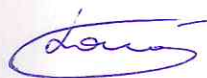
X₂ – массовая доля неомыляемого остатка в образце, %.

Массовая доля неомыляемого остатка определена в Разделе 5, массовая доля золы была определена в Разделе 3, подставляя числа, получаем:

$$X = (100 - (1,065 + 0,007))\% = 98,93\%$$

Таким образом, содержание жирных кислот в образце составляет 98,9%.

Руководитель Центра спектральных исследований Новосибирского института органической химии
им. Н.Н. Ворожцова СО РАН,
к.ф.-м.н.



Д.Н. Половяненко

Старший научный сотрудник группы масс-спектрометрии
Центра спектральных исследований Новосибирского института органической химии
им. Н.Н. Ворожцова СО РАН,
к.х.н.



А.А. Нефедов

Заведующая лабораторией микроанализа
Новосибирского института
органической химии
им. Н.Н. Ворожцова СО РАН,
к.х.н.

В.Д. Тихова

Старший научный сотрудник
Лаборатории медицинской химии
Новосибирского института
органической химии
им. Н.Н. Ворожцова СО РАН,
к.х.н.

Т.П. Кукина