wycof 11-12 97
N 2198
zastąp PN-C-04845 1997

UKD 661 185 22

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA Środki powierzchniowo czynne **Kosulfonaty techniczne**	BN-85 6026-56 Zamiast BN-72/6026-56 Grupa katalogowa 1021

1 WSTĘP

1 1 Przedmiot normy Przedmiotem normy są syntetyczne środki powierzchniowo czynne typu anionowego — kosulfonaty techniczne będące mieszaniną soli sodowej kwasu alkilobenzenosulfonowego i soli sodowej kwasu alkilosiarkowego

1 2 Zakres stosowania przedmiotu normy Kosulfonaty techniczne są stosowane jako podstawowe półprodukty przy produkcji syntetycznych środków piorących myjących i czyszczących głównie proszków i past

2 PODZIAŁ I OZNACZENIE

2 1 Odmiany W zależności od zawartości soli sodowej kwasu alkilosiarkowego rozróżnia się następujące odmiany kosulfonatów technicznych

a) kosulfonat techniczny 15,
b) kosulfonat techniczny 25,
c) kosulfonat techniczny 40

2 2 Sposób budowy oznaczenia Kosulfonaty techniczne należy oznaczać podając co najmniej

a) nazwę produktu i oznaczenie odmiany wg 2 1
b) numer normy
c) symbol wg SWW

2 3 Przykład oznaczenia kosulfonatu technicznego 25

KOSULFONAT TECHNICZNY 25 BN 85/6026 56
SWW 1289 92

3 WYMAGANIA

Wymagania fizyczne i chemiczne wg tabl 1

Tablica 1

Wymagania	Odmiany		
	kosulfonat techniczny 15	kosulfonat techniczny 25	kosulfonat techniczny 40
a) Wygląd zewnętrzny w temperaturze 20°C	pasta bez zanieczyszczeń mechanicznych		
b) Zawartość substancji aktywnej %(*m/m*) nie mniej niż	40	40	38
c) Skład substancji aktywnej			
— soli sodowej kwasu alkilosiarkowego %(*m/m*)	13 – 17	23 – 27	37 – 43
— soli sodowej kwasu alkilobenzenosulfonowego %(*m/m*)	83 – 87	73 – 77	57 – 63
d) Zawartość substancji ekstrahowanych eterem naftowym w przeliczeniu na 100-procentową substancję aktywną %(*m/m*) nie więcej niż	2 5	2 5	4 5
e) Zawartość siarczanów w przeliczeniu na Na_2SO_4 %(*m/m*) nie więcej niż	2	2	2
f) Barwa 15%(*m/m*) roztworu kosulfonatu wg skali jodowej nie więcej niż	20	20	20
g) pH 1%(*m/m*) roztworu kosulfonatu	8 – 10 5	8 – 11	8 – 11

Zgłoszona przez Instytut Chemii Przemysłowej
Ustanowiona przez Ministra Przemysłu Chemicznego i Lekkiego dnia 19 lipca 1985 r
jako norma obowiązująca od dnia 31 stycznia 1987 r
(Dz Norm i Miar nr 1/1987 poz 4)

4 PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4 1 Pakowanie Kosulfonaty techniczne są pakowane w cysterny ze stali kwasoodpornej lub zwykłej lecz wyłożonej wykładziną ługoodporną Mogą być pakowane w bębny lub zbiorniki z poliolefin pojemności 120 l zgodnie z BN-78/6411-05

Dopuszcza się inne opakowania pod warunkiem że zabezpieczą produkt co najmniej w takim stopniu jak wyżej po uzgodnieniu między dostawcą, odbiorcą i przewoźnikiem a wymiary będą zgodne z zasadami podanymi w PN-78/O-79021

Zbiorniki powinny być wyposażone w elementy grzejne i mieszadła lub pompy cyrkulacyjne umożliwiające podgrzanie produktu podczas pobierania i zapobiegające rozwarstwianiu się wyrobu podczas dłuższego składowania Temperatura do jakiej można podgrzać kosulfonaty wynosi maksimum 60°C wyższa temperatura i jest niekorzystna gdyż powoduje ciemnienie produktu i rozkład soli sodowej siarczanowanych alkoholi tłuszczowych

Opakowania należy napełniać do 95% ich pojemności

Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać podając

a) nazwę lub znak wytwórni,

b) oznaczenie wg 2 3

c) datę produkcji i numer partii

d) masę brutto i netto w kg

e) liczbę warstw składowania

f) liczbę warstw ładowania,

g) wg RID/ADR nr 8 — materiał żrący, zgodnie z przepisami transportowymi

Na cysternach należy umieścić oznakowanie trwałe i widoczne na zbiorniku a na beczkach na jednym z den Nalepki — wg znormalizowanej wersji przepisów RID/ADR Wymiary znaków, barwa i miejsce umieszczenia — wg PN-85/O-79252

4 2 Formowanie jednostek ładunkowych W przypadku stosowania paletyzacji do formowania jednostek należy używać palety o wymiarach 800 × 1200 wg PN-81/M-78216

Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem i deformacją tak aby wraz z paletą tworzył zwartą jednostkę ładunkową

4 3 Przechowywanie Kosulfonaty techniczne są przechowywane w zamkniętych zbiornikach ze stali kwasoodpornej lub zbiornikach stalowych wyłożonych odporną powłoką ochronną wyposażonych w elementy grzejne lub w bębny poliolefinowe (w przypadku bębnów — nie więcej niż 2 warstwy) Przechowywane w tych warunkach kosulfonaty nie tracą swoich właściwości w ciągu 6 miesięcy od daty produkcji (z wyjątkiem zmiany barwy)

4 4 Transport Kosulfonaty techniczne są materiałami niebezpiecznymi kl 8 p 65 c RID/ADR Opakowane wg 4 1 można przewozić środkami transportu kolejowego i drogowego zgodnie z obowiązującymi przepisami transportowymi dla materiałów niebezpiecznych[1]) Liczba warstw ładowania do środka transportowego wynosi 2 z zastosowaniem przekładek Bębny należy ustawić zamknięciami do góry, ściśle obok siebie i zabezpieczyć przed przesuwaniem

5 BADANIA

5 1 Program badań

5 1 1 Badania pełne obejmują

a) wygląd zewnętrzny w temperaturze 20°C (3a),

b) zawartość substancji aktywnej (3b),

c) skład substancji aktywnej (3c)

d) zawartość substancji ekstrahowanych eterem naftowym (3d),

e) zawartość siarczanów w przeliczeniu na Na_2SO_4 (3e),

f) barwa 15%(*m/m*) roztworu kosulfonatu wg skali jodowej (3f),

g) pH 1%(*m/m*) roztworu kosulfonatu (3g)

Badania pełne wykonać co najmniej raz na 6 miesięcy oraz przy każdej zmianie surowców i technologii

5 1 2 Badania niepełne Obejmują badania podane w 5 1 1 a), b) c) d), f), g)

Badania niepełne należy wykonać dla każdej partii towaru

5 2 Wielkość partii Partię produktu stanowi jednorazowa wysyłka kosulfonatów technicznych w bębnach przeznaczona dla jednego odbiorcy, nie większa niż 40 t lub zawartość 1 cysterny

5 3 Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

5 3 1 Pobieranie próbek u producenta Próbki należy pobierać w sposób ciągły w czasie napełniania cystern lub bębnów

5 3 2 Pobieranie próbek u odbiorcy Z cystern pobrać próbkę probnikiem nr 10 wg PN-74/C-60008 z dolnej, środkowej i górnej części cysterny w stosunku 1 3 1 Przy pobieraniu próbek z bębnów należy stosować wytyczne ogólne wg PN-67/C-04500

Nie podgrzewać produktu w bębnach

Z partii produktu w bębnach, w zależności od jej liczności należy wybrać w sposób losowy na ślepo zgodnie z PN-83/N-03010 liczbę opakowań jednostkowych wg tabl 2

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba opakowań jednostkowych które należy wybrać do pobierania próbek
sztuk	
do 15	6
16 – 25	9
26 – 63	12
64 – 160	14
161 – 250	15
251 – 400	16

[1]) Patrz Informacje dodatkowe p 3

Probki należy pobierać probnikiem nr 9 wg PN-74/C-60008 po uprzednim kilkakrotnym przetoczeniu bębnow Są to tzw probki pierwotne W przypadku analizy rozjemczej probki należy pobierać i wykonywać analizę w obecności przedstawicieli producenta i odbiorcy

5 3 3 Przygotowanie sredniej probki laboratoryjnej Probki pierwotne należy pobierać tyle razy aż probka ogolna będzie nie mniejsza niż 1 l Pobrane probki połączyć podgrzać na łaźni wodnej do około 50°C dokładnie wymieszać i podzielić na dwie części z ktorych jedną przeznaczyć do badan a drugą przechowywać do analizy rozjemczej w ciągu 6 tygodni

Jeżeli nastąpi rozwarstwienie produktu należy przed pobraniem odwazki do badan dokładnie usrednić probkę laboratoryjną w warunkach podanych wyżej

5 4 Opis badan

5 4 1 Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego wykonać wizualnie dla probki pobranej wg 5 3

5 4 2 Oznaczanie zawartosci substancji aktywnej wykonać wg PN-77/C-04821 stosując do obliczen następujące masy cząsteczkowe

dla kosulfonatu technicznego 15 — 348
dla kosulfonatu technicznego 25 — 351
dla kosulfonatu technicznego 40 — 354

Wartosc liczbowa masy cząsteczkowej może ulec zmianie w przypadku zmiany mas cząsteczkowych stosowanego alkilobenzenu i alkoholi tłuszczowych W takim przypadku dostawca kosulfonatow technicznych jest obowiązany do podania masy cząsteczkowej nowej w atescie jakosciowym każdej pierwszej dostawy kosulfonatu technicznego

5 4 3 Oznaczanie składu substancji aktywnej

5 4 3 1 Aparatura i przyrządy — wg PN-77/C-04821 rozdz 5 oraz

a) kolby stożkowe ze szlifem 29 pojemnosci 250 ml
b) chłodnica zwrotna chłodzona wodą ze szlifem 29
c) pipeta pojemnosci 5 ml

5 4 3 2 Odczynniki i roztwory — wg PN-77/C-04821 rozdz 5 oraz

a) kwas siarkowy roztwor o $c(H_2SO_4)$ = 5 mol/l
b) wodorotlenek sodowy roztwor o $c(NaOH)$ = 10 mol/l

5 4 3 3 Wykonanie oznaczania zawartosci soli sodowej kwasu alkilobenzenosulfonowego Odmierzyć pipetą 20 ml badanego roztworu probki przygotowanego wg 5 4 2 do kolby stożkowej pojemnosci 250 ml

Dodać pipetą 5 ml kwasu siarkowego o $c(H_2SO_4)$ = 5 mol/l i kilka porcelanek Podłączyć chłodnicę zwrotną i ogrzewać w temperaturze wrzenia przez 3 h Na początku zawartość kolby ogrzewać ostrożnie aby uniknąć nadmiernego pienienia

Zawartość kolby schłodzić a chłodnicę opłukać 5 ml wody

Dodać kilka kropli roztworu fenoloftaleiny i zobojętnić roztworem wodorotlenku sodowego o $c(NaOH)$ = 10 mol/l Pod koniec zobojętniania dodawać roztwor wodorotlenku sodowego kroplami Dodać 15 ml chloroformu 10 ml roztworu wskaźnika mieszanego i dobrze wymieszać Otrzymany układ miareczkować roztworem Hyamine 1622 lub Sterinolu, zgodnie z PN-77/C-04821

5 4 3 4 Obliczanie zawartości soli sodowej kwasu alkilobenzenosulfonowego Zawartość soli sodowej alkilobenzenosulfonowego (X) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \quad X_4 \quad 348 \quad 2{,}5 \quad 100}{m \quad X} \qquad (1)$$

w ktorym

V_1 — objętość roztworu Hyamine 1622 lub Sterinolu zużytego do miareczkowania probki po hydrolizie ml,
X_4 — molarność roztworu Hyamine 1622 lub Sterinolu obliczona wg PN-77/C-04821,
348 — masa cząsteczkowa soli sodowej alkilobenzenosulfonowego,
m — masa odwazki badanej probki użyta wg 5 4 2 g
X — zawartość substancji aktywnej oznaczana wg 5 4 2 %(m/m)

5 4 3 5 Obliczanie zawartości soli sodowej kwasu alkilosiarkowego Zawartość soli sodowej kwasu alkilosiarkowego (X) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V_0 - V_1) \quad X_4 \quad 364 \quad 2{,}5 \quad 100}{m \quad X} \qquad (2)$$

w ktorym

V_0 — objętość roztworu Hyamine 1622 lub Sterinolu zużytego do miareczkowania wg 5 4 2 ml
V_1 — objętość roztworu Hyamine 1622 lub Sterinolu zużytego do miareczkowania probki po hydrolizie ml
364 — masa cząsteczkowa soli sodowej kwasu alkilosiarkowego
X_4 X i m — wg 5 4 3 4

5 4 4 Oznaczanie zawartości substancji ekstrahowanych eterem naftowym — wg BN-84/6069-29

5 4 5 Oznaczanie zawartości siarczanow w przeliczeniu na Na_2SO_4

5 4 5 1 Aparatura i przyrządy

a) Pehametr
b) Elektroda szklana
c) Elektroda kalomelowa
d) Mieszadło magnetyczne
e) Biureta pojemności 10 ml

5 4 5 2 Odczynniki i roztwory

a) Odczynnik ołowiowy roztwor miarowany o c = 0 025 mol/l Odważyć 4 032 g chlorku ołowiawego i rozpuścić porcjami mieszając w około 500 ml gorącej destylowanej wody Odważyć 3 983 g octanu ołowiawego trojwodnego $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$ w około 100 ml wody destylowanej i dodać do otrzymanego roztworu 1 ml kwasu octowego Połączyć oba roztwory i dopełnić wodą destylowaną do objętości 1000 ml Stężenie roztworu nastawić stosując miarowany roz-

twor siarczanu potasowego o $c(K_2SO_4)$ = 0,025 mol/l, miareczkując 5 ml i 10 ml probki według przepisu, zgodnie z 5 4 3 3

b) Ditizon roztwor w acetonie cz d a o c(ditizon) = = 1 mg/ml

c) Kwas solny roztwor 3%(V/V)

d) Amoniak roztwor 3%(V/V)

e) Aceton cz d a

f) Kwas octowy cz d a

g) Siarczan potasowy, cz d a wysuszony do stałej masy w temperaturze 180°C roztwor o $c(K_2SO_4)$ = 0 025 mol/l Odwazyc 4 357 g siarczanu sodowego rozpuscic w wodzie destylowanej i dopełnic do objętosci 1000 ml

5 4 5 3 Wykonanie oznaczania Odwazyc z dokładnoscią do 0 01 g probkę kosulfonatow technicznych takiej wielkosci aby zawierała 20 — 30 mg siarczanu sodowego czyli około 2 — 3 g

Probkę przeniesc do zlewki pojemnosci 250 ml, stosując 70 ml acetonu Następnie dodac tyle wody, aby łączna objętosc probki kosulfonatow technicznych i wody wynosiła 30 ml Zlewkę umiescic na mieszadle magnetycznym i przy stałym mieszaniu nastawic pH na 2 7 — 3 0 stosując roztwor amoniaku lub kwasu solnego Dodac 1 ml roztworu ditizonu zanurzyc koniec biurety w roztworze i miareczkowac otrzymany układ roztworem (5 4 3 2a) obserwując jego barwę i pH Przy odchyleniach pH od zadanego zakresu skorygowac je dodatkiem kwasu solnego lub amoniaku

Za koniec miareczkowania przyjmuje się moment, w ktorym roztwor zmętniały pod wpływem powstałego siarczanu ołowiawego zmienia barwę z niebieskozielonego na stalowoszary z odcieniem czerwonym

Wskazane jest obserwowanie zmian barwy pod kątem 45° w swietle ze zrodła swiatła białego

5 4 5 4 Obliczanie wyniku oznaczania Zawartosc siarczanow w przeliczeniu na siarczan sodowy (X) w procentach obliczyc wg wzoru

$$X = \frac{V \quad c_B \quad 142{,}06}{10 \quad m} \qquad (3)$$

w ktorym

V — ilosc roztworu odczynnika ołowiawego zużyta do miareczkowania probki ml

c_B — stężenie molowe odczynnika ołowiawego, mol/l,

142 06 — masa cząsteczkowa siarczanu sodowego, g,

m — masa odwazki kosulfonatu technicznego g

5 4 5 5 Wynik koncowy oznaczania Za wynik koncowy oznaczania przyjąc srednią arytmetyczną wynikow co najmniej trzech oznaczan rozniących się między sobą wartoscią liczbową nie większą niz 0 02

5 4 6 Oznaczanie barwy Oznaczanie barwy wykonac po uprzednim oznaczaniu zawartosci substancji aktywnej Stosując dobrze wymieszaną probkę laboratoryjną przygotowac 100 ml 15%(m/m) roztworu w przeliczeniu na 100%(m/m) substancję aktywną, w wodzie destylowanej Wodę przed dodaniem do probki ogrzac do temperatury 80°C a otrzymany roztwor przed pomiarem schłodzic do temperatury 20°C i przesączyc Oznaczanie barwy wykonac wg PN-84/C-04534/02

5 4 7 Oznaczanie pH Sporządzic 1%(m/m) roztwor kosulfonatu technicznego, zawierający 1%(m/m) substancji aktywnej i wykonac pomiar pH wg PN-77/C-04963

5 5 Zaokrąglanie i zapisywanie liczb dotyczących koncowych wynikow oznaczan parametrow wg rozdz 3 b) — g) nalezy wykonac zgodnie z PN-70/N-02120

5 6 Ocena wynikow badan Partię kosulfonatu technicznego nalezy uznac za zgodną z wymaganiami normy jezeli wyniki badan podane w 5 1 są zgodne z wymaganiami wg rozdz 3

5 7 Zaswiadczenie o wynikach badan Do kazdej partii wyrobu nalezy dołączyc zaswiadczenie stwierdzające zgodnosc dostarczonej partii z wymaganiami normy

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1 Instytucja opracowująca normę — Instytut Chemii Przemysłowej Warszawa

2 Istotne zmiany w stosunku do BN 72/6026-56

a) dostosowano oznaczanie zawartosci substancji aktywnej do PN 77/C 04821 Srodki powierzchniowo czynne Oznaczanie zawartosci substancji anionowej czynnej (metodą miareczkowania dwufazowego)

b) dostosowano oznaczanie składu substancji aktywnej do normy ISO 2870 Surface active agents Detergents Anionic active matter hydrolysable under acid conditions Determination of hydrolysable and non hydrolysable active matter

c) zmieniono metodę oznaczania zawartosci siarczanow w przeliczeniu na siarczan sodowy na miareczkowanie odczynnikiem ołowiawym wobec ditizonu

d) dostosowano oznaczanie barwy do PN-84/C-04534/02 Analiza chemiczna Oznaczanie barwy produktow chemicznych za pomocą skali jodowej

e) dostosowano oznaczanie pH do PN 77/C 04963 Analiza chemiczna Oznaczanie pH wodnych produktów chemicznych

3 Normy i dokumenty związane

PN 67/C-04500 Produkty chemiczne Wytyczne pobierania i przygotowywania probek

PN 84/C 04534/02 Analiza chemiczna Oznaczanie barwy produktow chemicznych za pomocą skali jodowej

PN 77/C 04821 Srodki powierzchniowo czynne Oznaczanie zawartosci substancji anionowo czynnej metodą miareczkowania dwufazowego

PN-77/C-04963 Analiza chemiczna Oznaczanie pH wodnych roztworow produktów chemicznych

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

PN-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowejściowe bez skrzydeł drewniane 800 × 1200 — EUR

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

PN-83/N-03010 Statystyczna kontrola jakości Losowy wybór jednostek produktu do próbki

PN-78/O 79021 Opakowania System wymiarowy

PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością Znaki i znakowanie Wymagania podstawowe

BN-78/6411-05 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych Bębny

BN 84/6069-29 Srodki powierzchniowo czynne Metody badań Oznaczanie zawartości substancji ekstrahowanych eterem naftowym

Biuletyn nr 1052 Die Analytik der tenside Chemische Werke Hüls AGm 1976

Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r Prawo przewozowe (Dz U nr 53 poz 272 z 1984 r)

Regulamin przedsiębiorstwa PKP o ładowaniu i zabezpieczeniu przesyłek towarowych (Dz TiZK nr 9 poz 68 z 1985 r)

Przepisy o ładowaniu wagonow towarowych Załącznik II do Umowy o wzajemnym uzytkowaniu wagonów towarowych w komunikacji międzynarodowej (RIV) (Dz TiZK nr 15 poz 119 z 1981 r) wraz z późniejszymi zmianami

Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon Pol nr 24 poz 123 z 1963 r i nr 35 poz 250 z 1968 r)

Przepisy o przewozie koleją materiałow i przedmiotow niebezpiecznych (PMN) obowiązujące od 15 wrzesnia 1968 r (Dz TiZK nr 20 poz 84 z 1968 r) wraz z pozniejszymi zmianami

Specjalne warunki przewozu towarow niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej Załącznik nr 4 do Umowy o międzynarodowej kolejowej komunikacji towarowej (SMGS) (Dz TiZK nr 7 poz 35 z 1966 r) wraz z pozniejszymi zmianami

Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 2 grudnia 1983 r w sprawie warunkow i kontroli przewozu drogowego materiałow niebezpiecznych (Dz U nr 67 poz 301 z 1983 r) wraz z pozniejszymi zmianami

Regulamin międzynarodowego przewozu kolejami towarów niebezpiecznych (RID) Załącznik B do konwencji o międzynarodowym przewozie kolejami (COTIF) (Dz TiZK nr 7 poz 44 z 1985 r) wraz z późniejszymi zmianami

4 Symbol wg SWW — 1289 92

5 Autorzy projektu normy — dr inz Paweł Kikolski inz Henryka Kubiak — Instytut Chemii Przemysłowej Warszawa