UKD 677.042.41:661.185.221

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-68 6061-23
	Środki pomocnicze dla włókiennictwa **Sulfapol E-20**	Grupa katalogowa X 95

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest anionoczynny środek pomocniczy dla włókiennictwa o nazwie Sulfapol E-20.

1.2. Określenia. Sulfapol E-20 jest mieszaniną alkiloarylosulfonianu sodowego, mocznika i środka powierzchniowo czynnego o charakterze niejonowym, typu oksyetylowanego nonylofenolu.

1.3. Zakres stosowania przedmiotu normy. Sulfapol E-20 jest stosowany w przemyśle włókienniczym do prania wełny surowej i włókien syntetycznych.

1.4. Normy związane

PN/C-04504 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne dla produktów półciekłych, mazistych i ciastowatych

PN/C-04507 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne ogólne

PN/C-60009 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów półciekłych, mazistych i ciastowatych

BN-66/6060-01 Środki powierzchniowo czynne. Ocena zdolności piorącej środków piorących dla przemysłu włókienniczego w odniesieniu do zabrudzeń olejowych

2. OZNACZENIE

SULFAPOL E-20 BN-68/6061-23

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Sulfapol E-20 powinien być oleistą cieczą barwy brązowej, rozpuszczalną w wodzie w każdym stosunku.

3.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	
a) pH 1-procentowego roztworu wodnego	7÷8
b) Zdolność piorąca, określona jako stężenie roztworu środka piorącego potrzebne do usunięcia z zabrudzonej tkaniny oleju aż do pozostałości jego na tkaninie w ilości nie większej niż 3% w stosunku do masy suchej tkaniny, g/l, najwyżej	5
c) Substancji anionoczynnej w przeliczeniu na SO_3, %, co najmniej	5,8
d) Substancji niejonowych, %	10÷12
e) Substancji nieprzesulfonowanych, %, najwyżej	1

3.3. Trwałość. Sulfapol E-20 przechowywany wg 4.1 powinien odpowiadać wymaganiom określonym w 3.1 i 3.2 w ciągu roku licząc od daty produkcji.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie i przechowywanie. Sulfapol E-20 należy pakować w beczki stalowe. Na dnie każdej beczki należy umieścić napisy zawierające:

a) nazwę lub znak wytwórni,
b) oznaczenie wg rozdz. 2,
c) wagę netto,
d) datę produkcji,
e) kolejny numer opakowania,
f) numer partii.

Sulfapol E-20 należy przechowywać w pomieszczeniach magazynowych o temperaturze 5 ÷ 25°C.

4.2. Transport. Sulfapol E-20 można transportować wszystkimi dostępnymi środkami transportu.

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego dnia 30 sierpnia 1968 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 czerwca 1969 r.
(Mon. Pol. nr poz.)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE Druk. Wyd. Norm. W-wa Ark. wyd.0,55 Nakł.1500+61 Zam. 1845/69 Cena zł 2,40

5. BADANIA

5.1. Wielkość partii nie powinna przekraczać 3000 kg.

5.2. Pobieranie próbek należy wykonać wg PN/C-04507. Z każdej partii należy wybrać do pobrania próbek, w zależności od liczności partii, następującą liczbę opakowań.

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wziąć do pobrania próbek
do 6	wszystkie
7÷15	6
16÷25	11

Próbki pobierać zgłębnikiem wg PN/C-60009. Średnią próbkę laboratoryjną o masie co najmniej 1 kg należy przygotować wg PN/C-04504.

Próbki do analizy rozjemczej należy przechowywać w ciągu 3 miesięcy od daty produkcji.

5.3. Rodzaje badań. Ustala się dwa rodzaje badań: badanie pełne, które polega na sprawdzeniu zgodności ze wszystkimi wymaganiami wymienionymi w rozdz. 3, oraz badanie niepełne, które polega na sprawdzeniu zgodności z wymaganiami dotyczącymi:

a) pH 1-procentowego roztworu wodnego,

b) zdolności piorącej.

Badania niepełne należy wykonywać dla każdej partii produkcyjnej, badania pełne należy wykonywać przy każdej zmianie surowców i metod technologicznych, mogących mieć wpływ na wyniki badania, jak również przy okresowej kontroli produkcji, która powinna obejmować co 50 partię.

5.4. Opis badań

5.4.1. Oznaczanie pH 1-procentowego roztworu wodnego należy wykonać za pomocą uniwersalnych papierków wskaźnikowych.

5.4.2. Oznaczanie zdolności piorącej należy wykonać wg BN-66/6060-01 dla roztworów przygotowanych w wodzie destylowanej.

5.4.3. Oznaczanie zawartości substancji anionoczynnej w przeliczeniu na SO_3

5.4.3.1. Odczynniki i roztwory

a) Bromek cetylopirydynowy cz. d.a.

b) Chloroform cz.d.a.

c) Błękit metylenowy, roztwór 0,1-procentowy.

d) Siarczan sodowy bezwodny cz.d.a.

e) Kwas siarkowy (1,84) cz.d.a. i roztwór 25-procentowy.

f) Dwuchromian potasowy cz.d.a., roztwór 0,05n.

g) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,05n.

h) Jodek potasowy cz.d.a., roztwór 5-procentowy.

i) Skrobia, roztwór 1-procentowy.

j) Alkohol butylowy I-rz.cz.

5.4.3.2. Przygotowanie mianowanego roztworu bromku cetylopirydyniowego o stężeniu około 0,005n. W naczyńku wagowym należy odważyć 2,0 ÷ 2,2 g bromku cetylopirydyniowego. Odważkę spłukać wodą destylowaną do kolby pomiarowej pojemności 1 l. Następnie dodać 25 ml alkoholu butylowego I-rz. i mieszać zawartość kolby aż do całkowitego rozpuszczenia się bromku. Roztwór uzupełnić wodą destylowaną do objętości 1 l.

Do kolby stożkowej ze szlifem pojemności 200 ml odmierzyć pipetą 50 ml roztworu bromku cetylopirydyniowego oraz 25 ml 0,05n roztworu dwuchromianu potasowego. Wytrąca się osad. W celu sklarowania warstwy górnej ogrzewać kolbę do temperatury 90°C. Po ostygnięciu kolby do temperatury pokojowej skoagulowany osad odsączyć i przemyć na sączku 3 razy po 10 ml wody destylowanej. Do połączonych przesączy dodać 5 ml 5-procentowego roztworu jodku potasowego i 10 ml 25-procentowego roztworu kwasu siarkowego. Wydzielony jod odmiareczkować 0,05n roztworem tiosiarczanu sodowego w obecności skrobi. W identyczny sposób wykonać ślepą próbę.

Stężenie bromku cetylopirydyniowego wyrażone jego normalnością (n_{BCP}) należy obliczyć wg wzoru

$$n_{BCP} = \frac{(V_2 - V_1) \cdot n_{S_2O_3}}{3 \cdot V_3}$$

w którym:

V_1 – objętość roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do zmiareczkowania w próbie właściwej, ml,

V_2 – objętość roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do zmiareczkowania w ślepej próbie, ml,

V_3 – objętość roztworu bromku cetylopirydyniowego zużytego do analizy, ml,

$n_{S_2O_3}$ – normalność tiosiarczanu sodowego zużytego do analizy, val/l.

Oznaczanie należy wykonać dwukrotnie, przy czym błąd względny między dwoma oznaczaniami nie powinien przekroczyć 1%.

5.4.3.3. Przygotowanie wskaźnika do miareczkowania. W kolbie stożkowej pojemności 1000 ml należy umieścić 50 g bezwodnego siarczanu sodowego i rozpuścić w niewielkiej ilości wody destylowanej. Do otrzymanego roztworu dodać 30 ml 0,1-procentowego roztworu błękitu metylenowego, 7 ml kwasu siarkowego (1,84) i uzupełnić wodą destylowaną do objętości 1 l. Tak przygotowany roztwór jest trwały i może być przechowywany przez czas dłuższy.

5.4.3.4. Przygotowanie około 0,005m roztworu Sulfapolu E-20. W kolbie pomiarowej pojemności 250 ml należy umieścić odważkę 1,7 ÷ 1,9 g Sulfapolu E-20 i rozpuścić ją w niewielkiej ilości wody destylowanej, po czym rozcieńczyć wodą do objętości 250 ml. Tak przygotowany roztwór jest około 0,005m.

5.4.3.5. Wykonanie oznaczania. Do cylindra pomiarowego pojemności 100 ml z dobrze doszlifowanym korkiem odmierzyć pipetą 10 ml około 0,005m roztworu Sulfapolu E-20, rozcieńczyć wodą do objętości 20 ml, po czym dodać 25 ml wskaźnika i 20ml chloroformu.

Zawartość cylindra wytrząsać przez 2 min, po czym miareczkować roztworem bromku cetylopirydyniowego. Po każdorazowym dodaniu bromku cetylopirydyniowego próbkę należy mieszać przez około 1 min.

Miareczkowanie należy prowadzić do chwili, gdy uzyskane zabarwienia warstw chloroformowej i wodnej będą jednakowe.

Zawartość substancji anionoczynnej w przeliczeniu na SO_3 (X_1) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{8 \cdot V_{BCP} \cdot n_{BCP} \cdot \frac{V_k}{V_p}}{m}$$

w którym:

V_{BCP} – objętość bromku cetylopirydyniowego zużytego do oznaczania, ml,

n_{BCP} – normalność bromku cetylopirydyniowego użytego do oznaczania,

m – odważka Sulfapolu E-20, g,

$\frac{V_k}{V_p}$ – stosunek pojemności kolby pomiarowej (p.5.4.3.4) do pojemności pipety(p. 5.4.3.5),

8 – współczynnik przeliczeniowy.

5.4.3.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej 2 oznaczań, różniących się między sobą nie więcej niż o 0,5% wyniku najmniejszego.

5.4.4. Oznaczanie zawartości substancji niejonowych

5.4.4.1. Aparatura i przyrządy

a) Dwa rozdzielacze pojemności 250 ml, wysokości 150 mm, średnicy 45 mm lub kolumienki o średnicy 25 ÷ 35 mm.

b) Zestaw destylacyjny z kolbą kulistą pojemności 750 ml.

5.4.4.2. Odczynniki i roztwory

a) Zerolit 225 (kationit).

b) Zerolit N (anionit).

c) Kwas solny cz.d.a., roztwór 5-procentowy.

d) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 5-procentowy.

e) Alkohol izopropylowy, roztwór 1 + 1 (tzw. izopropanol 50-procentowy).

f) Alkohol etylowy absolutny.

5.4.4.3. Przygotowanie jonitów do oznaczania. Przed przystąpieniem do oznaczania świeże jonity należy poddać pęcznieniu. W tym celu 100 ml suchego jonitu należy zalać 300 ml wody destylowanej i pozostawić na okres 24 godz. Następnie napęczniały jonit przenieść do kolumny (lub rozdzielacza), do której wprowadzono kłębek waty szklanej i wlano kilka mililitrów wody. Jonit należy wprowadzać do kolumny ostrożnie, tak aby wata pozostała na dnie kolumny. Kolumnę z kationitem przemywać 5-procentowym roztworem kwasu solnego tak długo, aż wyciek stanie się bezbarwny. Kolumnę z amonitem przemywać 5-procentowym roztworem wodorotlenku sodowego tak długo, aż wyciek stanie się bezbarwny.

Następnie obie kolumny przemywać wodą destylowaną do reakcji obojętnej oraz 50-procentowym izopropanolem aż do chwili, gdy wyciek będzie bezbarwny. Osad jonitów powinien być możliwie ścisły, dlatego izopropanol należy wlewać powoli i uważać, aby poziom cieczy nie obniżył się poniżej warstwy jonitów, co grozi powstaniem kanalików wskutek zapowietrzenia. Po przemyciu obie kolumny połączyć, tak aby kationit znajdował się nad anionitem. Nad kolumną z kationitem umieścić rozdzielacz pojemności 100 ml dla dozowania próbek.

5.4.4.4. Wykonanie oznaczania. W zlewce pojemności 150 ml umieścić odważkę 5 ÷ 6 g Sulfapolu E-20, odważoną z dokładnością do 0,0002 g. Próbkę rozpuścić w 50 ml 50-procentowego izopropanolu i przepuścić przez kolumny z kationitem i anionitem. Jako roztworu wymywającego używać również 50-procentowego roztworu izopropanolu w ilości 500ml. Szybkość przepuszczania roztworu 250 ml/godz. Wyciek zbierać do kolby kulistej pojemności 750 ml, a następnie izopropanol oddestylować na łaźni wodnej. Pozostałość przenieść ilościowo porcjami do wysuszonej z kawałeczkami kaolinu zlewki pojemności 250 ml lub kolby stożkowej, odparować wodę do objętości około 10 ml, a następnie pozostałość suszyć w temperaturze 105°C do stałej masy. W celu szybszego usunięcia wody w końcowej fazie odparowania dodać 20 ÷ 25 ml alkoholu absolutnego.

Zawartość substancji niejonowych (X_2) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \left(\frac{m_1}{m_2} \cdot 100\right) - X_3$$

w którym:

m_1 – masa suchej pozostałości, g,

m_2 – odważka Sulfapolu E-20, g,

X_3 – zawartość substancji nieprzesulfonowanych oznaczona wg 5.4.5, %.

5.4.4.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej 2 oznaczań różniących się między sobą nie więcej niż o 0,5%.

5.4.5. Oznaczanie zawartości substancji nieprzesulfonowanych

5.4.5.1. Odczynniki i roztwory

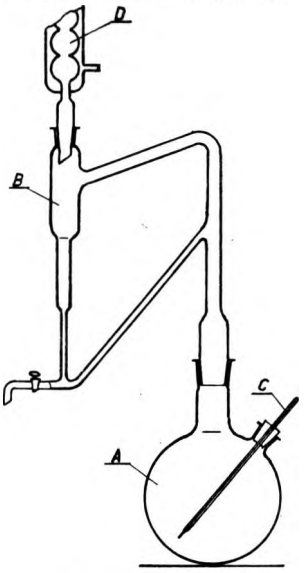
a) Glikol etylenowy cz.,

b) Wodorotlenek sodowy cz.d.a, roztwór 40-procentowy.

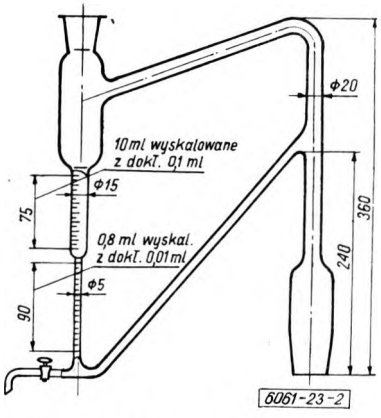
5.4.5.2. Aparatura

a) Kolba destylacyjna wg rys. 1.

b) Kalibrowana nasadka destylacyjna wg rys. 2.



Rys. 1. Zestaw do oznaczania zawartości substancji nieprzesulfonowanych: *A* – kolba destylacyjna pojemności 500 ml, *B* – nasadka destylacyjna o kształcie i wymiarach jak na rys. 2, *C* – termometr, *D* – chłodnica zwrotna



Rys. 2. Nasadka destylacyjna

5.4.5.3. Wykonanie oznaczania. Do kolby destylacyjnej z dwoma szyjkami pojemności 500 ml przenieść ilościowo 50 ÷ 70 g Sulfapolu E-20 odważonego z dokładnością do 0,01 g. Dodać 75 ml glikolu etylenowego i 5 ml 40-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego. Kolbę połączyć z nasadką destylacyjną i chłodnicą, po czym ogrzewać zawartość kolby do wrzenia. Ciecz destylującą w temperaturze poniżej 180°C odrzucić. Następnie destyluje glikol etylenowy wraz z substancjami nieprzesulfonowanymi. Po osiągnięciu temperatury 180°C mieszaninę w kolbie utrzymywać w stanie wrzenia w ciągu 10 ÷ 15 min. Następnie usunąć ogrzewanie i pozostawić aparat do ostygnięcia. Chłodnicę przemyć małą ilością glikolu etylenowego.

Substancję oznaczaną (nieprzesulfonowane) sprowadzić do kalibrowanej kapilary przez spuszczenie dolnej warstwy glikolu bocznym kranikiem. Oddzielony glikol należy spuszczać powoli, ażeby uniknąć rozmazania się analizowanej substancji na ściankach kolumny. Objętość wydestylowanej badanej substancji odczytać z dokładnością do 0,01 ml.

Zawartość substancji nieprzesulfonowanych (X_3), należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{V_d \cdot 0{,}88}{m} \cdot 100$$

w którym:

V_d – objętość wydestylowanych substancji nieprzesulfonowanych, ml,

m – odważka Sulfapolu E-20, g,

0,88 – gęstość destylatu oznaczona doświadczalnie.

5.4.5.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch wyników różniących się między sobą nie więcej niż o 0,05.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE do BN-68/6061-23

Niniejsza norma zastępuje ZN-65/MPC/SP-124.

31 **BN-68/6061-23 Środki pomocnicze dla włókiennictwa. Sulfapol E-20** **zmiana 1**
22.11.71 r.

X 95

Dopisuje się punkt **6** o następującej treści:

6. Postanowienia przejściowe. Do dnia 1 stycznia 1980 r. dopuszcza się magazynowanie na placach składowych w okresach od 1 maja do 30 września każdego roku.

(Biuletyn PKN nr 5/72, poz. 71)