UKD 661.185.6.001.4 SWW 1322-32

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMII GOSPODARCZEJ	NORMA BRANŻOWA Syntetyczne środki piorące Płynne środki Oznaczanie substancji anionowo czynnej	BN-75 6142-01 Arkusz 07 Zamiast BN-67/6142-01 Grupa katalogowa XIV 16

1. Zakres stosowania arkusza. Arkusz należy stosować do oznaczania zawartości substancji anionowo czynnej w syntetycznych płynnych środkach piorących.

2. Zasada metody. Metoda polega na ilościowym określeniu zawartości substancji anionowo czynnej metodą miareczkowania dwufazowego z zastosowaniem wskaźnika mieszanego kationowego /bromek dimidiowy/ i anionowego /błękit dwusulfinowy VN 150/ oraz roztworu Hyaminy 1622 jako odczynnika miareczkującego.

Substancja anionowo czynna tworzy sól z barwnikiem kationowym, rozpuszczalną w warstwie chloroformowej, zabarwiając ją na kolor czerwonoróżowy. Przy końcu miareczkowania kation Hyaminy tworzy z barwnikiem anionowym sól, która rozpuszcza się w chloroformie zabarwiając go na niebiesko.

3. Przyrządy

a/ Biureta pojemności 25 cm^3.

b/ Cylinder pomiarowy pojemności 100 cm^3 z doszlifowanym korkiem.

c/ Cylinder pomiarowy pojemności 25 cm^3.

d/ Kolby pomiarowe pojemności: 1000 cm^3, 500 cm^3, 100 cm^3.

e/ Pipeta jednomiarowa pojemności 25 cm^3.

f/ Kolby stożkowe pojemności 100 cm^3.

Zgłoszona przez Fabrykę Kosmetyków POLLENA-URODA
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Chemii Gospodarczej POLLENA
dnia 30 czerwca 1975 r. jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą od dnia 1 lipca 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 1/1976 poz. 2)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE 1976. Wpływ do WN 3.11.75. Oddano do składu 20.12.75. Cena zł 1,20
Druk ukończono w lutym 76. Obj. 0,30 ark. wyd. Nakład 1100+54 egz. Zam. 25/76

4. Odczynniki i roztwory

a/ Alkohol etylowy, roztwór 10-procentowy.

b/ Barwniki

- błękit dwusulfinowy /Disulphine Blue VN - produkowany między innymi i przez I.C.J. Dye stuffs PO Vox 42, Hexagon Jouse Blachley, Manchester Nr Col, Index 42045/.

- Bromek dimidiowy /Dimidium bromide - produkowany między innymi przez Burroughs Wellcome and Co, The Wellcome Biuielding 183 Euston Road, London NW 1/.

c/ Chloroform cz.d.a.

d/ Hyamina 1622 /produkowana między innymi przez Rohm and Haas Co USA. Przedstawiciel w Europie: Minoc, S.A.R.L. 17, rue de Miromesnil, Paris 8-me/.

0,004 M roztwór Hyaminy 1622 przygotowany w następujący sposób: odważyć 1,864 g Hyaminy 1622, rozpuścić w wodzie destylowanej, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm^3, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać. Roztwór jest trwały.

e/ Kwas siarkowy cz.d.a. stężony

f/ Tetrapropylenobenzenosulfonian sodowy, 5-procentowy roztwór wzorcowy firmy Merck lub równoważny.

g/ Wskaźnik stężony przygotowany w następujący sposób: rozpuścić barwniki 0,2 g bromku dimidiowego i 0,1 g błękitu dwusulfinowego każdy osobno w 10 + 20 cm^3 ciepłego 10-procentowego roztworu alkoholu etylowego, zmieszać je razem, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm^3 i uzupełnić do kreski 10-procentowym alkoholem etylowym.

h/.Wskaźnik kwaśny przygotowany w następujący sposób: napełnić do połowy wodą destylowaną kolbę pomiarową pojemności 500 cm^3, dodać 20 cm^3 roztworu kwasu siarkowego, przygotowanego przez zmieszanie 86 cm^3 wody destylowanej, 14 cm^3 stężonego H_2SO_4, 20 cm^3 wskaźnika złożonego i uzupełnić wodą destylowaną do kreski.

5. Mianowanie 0,004 cm roztworu Hyaminy 1622. Odważyć z dokładnością do 0,005 g 14 g 5-procentowego wzorcowego roztworu tetrapropylenobenzenosulfonianu sodowego, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 cm^3, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać.

Do cylindra pojemności 100 cm^3 z doszlifowanym korkiem odpipetować 25 cm^3 tego roztworu, dodać 15 cm^3 chloroformu oraz 10 cm^3 kwaśnego wskaźnika. Roztwór ten miareczkować roztworem 0,004 m Hyaminy 1622. Roztwór miareczkujący dodawać porcjami po około 2 cm^3 i mocno wstrząsać, a pod koniec miareczkowania dodawać kroplami. W pobliżu punktu równoważnikowego zanika emulsja i zaczyna wydzielać się różowa warstwa chloroformowa. Miareczkować do momentu całkowitego zaniku barwy różowej i zabarwienia się warstwy chloroformowej na kolor szary. Przy nadmiarze odczynnika warstwa chloroformowa staje się niebieska.

Współczynnik f należy obliczyć wg wzoru

$$f = \frac{a \cdot m \cdot 125}{b \cdot 348}$$

w którym:

a - zawartość substancji aktywnej w roztworze wzorcowym, %,

m - masa roztworu wzorcowego, g,

b - ilość roztworu Hyaminy 1622 zużyta do miareczkowania, cm^3,

348 - masa cząsteczkowa tetrapropylenobenzenosulfonianu, g/mol,

125 - współczynnik przeliczeniowy.

6. Wykonanie oznaczania. Próbkę środka piorącego odważyć w ilości odpowiadającej 0,5 g 100-procentowej substancji anionowo czynnej z dokładnością do 0,001 g, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 cm^3, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać.

Następnie do cylindra pojemności 100 cm^3 z doszlifowanym korkiem odpipetować 25 cm^3 tego roztworu, dodać 15 cm^3 chloroformu oraz 10 cm^3 wskaźnika kwaśnego.

Roztwór ten miareczkować mianowanym roztworem Hyaminy 1622.

Roztwór miareczkujący dodawać porcjami po około 2 cm^3 i silnie wstrząsnąć, a pod koniec miareczkowania dodawać kroplami. W pobliżu punktu równoważnikowego zanika emulsja i zaczyna wydzielać się różowa warstwa chloroformowa. Miareczkować do momentu całkowitego zaniku barwy różowej i zabarwienia się warstwy chloroformowej na kolor szary. Przy nadmiarze odczynnika warstwa chloroformowa staje się niebieska.

7. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość substancji anionowo czynnej / X/ w procentach obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{a \cdot f \cdot M}{m \cdot 125}$$

w którym:

a - ilość 0,004 m roztworu Hyaminy 1622, cm^3,

f - współczynnik oznaczany wg 6,

M - średnia masa cząsteczkowa oznaczanej substancji, g/mol, które dla:

- soli sodowej dodeafobenzenosulfonianu = 348,
- soli trójetanoloaminowej dodecylobenzenosulfonianu = 475,
- soli trójetanoloaminowej estru kwasu siarkowego i alkoholu laurylowego = 420,
- soli sodowej estru kwasu siarkowego i oksyetylowanego alkoholu laurylowego /3 mole tlenku etylenu/ = 437,

m - masa badanej próbki, g,

125 - współczynnik przeliczeniowy.

8. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczań różniących się między sobą wartością liczbową nie większą niż 0,1.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Zjednoczenie Przemysłu Chemii Gospodarczej POLLENA.

2. Autorzy projektu normy - mgr Alicja Bałdyga, mgr Ludmiła Salamon, mgr inż. Maria Wysocka, Fabryka Kosmetyków POLLENA-URODA, Warszawa.