

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMII GOSPODARCZEJ	NORMA BRANŻOWA	BN-75
	Syntetyczne środki piorące Płynne środki Oznaczanie ogólnej zawartości substancji powierzchniowo czynnej	6142-01 Arkusz 08
		Zamiast BN-67/6142-01
		Grupa katalogowa XIV 16

1. METODA OZNACZANIA

Metoda polega na wagowym oznaczaniu zawartości substancji organicznych rozpuszczalnych w alkoholu metylowym łącznie z mocznikiem. Ogólną zawartość substancji powierzchniowo czynnej oblicza się z różnicy zawartości substancji organicznych i mocznika oznaczanego metodą Kjeldahla. W przypadku nieobecności mocznika substancje organiczne stanowią substancję powierzchniowo czynną.

2. OZNACZANIE SUBSTANCJI ORGANICZNYCH ROZPUSZCZALNYCH W ALKOHOLU METYLOWYM

2.1. Przyrządy

- a/ Zlewka pojemności 150 cm³.
- b/ Kolba stożkowa na szlif pojemności 200 cm³.
- c/ Lejek szklany.
- d/ Sączek twardy.
- e/ Łażnia wodna.
- f/ Suszarka laboratoryjna, elektryczna.

2.2. Odczynniki

- a/ Alkohol metylowy cz.d.a.
- b/ Siarczan sodowy bezwodny cz.d.a.

Zgłoszona przez Fabrykę Kosmetyków POLLENA-URODA

Ustanowiona przez 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)

2.3. Wykonanie oznaczania. Próbkę badanego środka piorącego w ilości 2 g odważyć z dokładnością do 0,01 do zlewki pojemności 150 cm³.

Zawartość zlewki ekstrahować 4-krotnie, biorąc za każdym razem po 25 cm³ gorącego alkoholu metylowego.

Ekstrakty sączyć przez sączek napelniony bezwodnym siarczanem sodowym do kolby stożkowej pojemności 200 cm³ uprzednio wysuszonej do stałej masy w temperaturze 80°C.

Po oddestylowaniu rozpuszczalnika pozostałość w kolbie osuszyć do stałej masy w temperaturze 80°C.

2.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość substancji organicznych rozpuszczalnych w alkoholu metylowym / X_1 / obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{a \cdot 100}{b}$$

w którym:

a - masa suchej pozostałości, g,

b - odważka badanej próbki, g.

2.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej trzech oznaczeń różniących się między sobą wartością liczbową nie większą niż 0,3.

3. OZNACZANIE MOCZNIKA

3.1. Przyrządy

a/ Zestaw destylacyjny do oznaczania azotu metodą Kjeldahla wg Farmakopei Polskiej IV.

b/ Kolba Kjeldahla pojemności 300 + 500 cm³.

c/ Lejek szklany.

d/ Kolba pomiarowa pojemności 200 cm³.

e/ Pipeta pomiarowa pojemności 100 cm³.

3.2. Odczynniki

a/ Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 96-procentowy.

b/ Siarczan miedziowy cz.d.a.

c/ Siarczan potasowy cz.d.a.

d/ Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 40-procentowy.

e/ Kwas siarkowy, roztwór 0,1 N.

f/ Wodorotlenek sodowy, roztwór 0,1 N.

g/ Czerwień metylowa, roztwór 0,1-procentowy.

3.3. Wykonanie oznaczania. W szklanej fiolece odważa się próbkę badanej substancji w ilości odpowiadającej około 0,085 g mocznika i wrzuca się ostrożnie do kolby Kjeldahla pojemności $300 + 500 \text{ cm}^3$, dodaje 10 g sproszkowanego siarczanu potasowego, szczyptę siarczanu miedziowego oraz 25 cm^3 stężonego kwasu siarkowego. Kolbę ustawia się ukośnie na siatce azbestowej, umieszcza w szyjce lejek szklany i rozpoczyna ogrzewanie. Początkowo ogrzewa się łagodnie, a następnie silnie aż ciecz będzie przezroczysta i zielonkawa, po czym jeszcze w ciągu co najmniej 30 min. Po ostygnięciu cieczy do kolby wlewa się 100 cm^3 wody destylowanej i ponownie pozostawia do ostygnięcia. Zimną ciecz przelewa się do kolby pojemności 200 cm^3 i uzupełnia wodą do kreski. Z kolby pomiarowej pobiera się pipetą 100 cm^3 roztworu, przenosi się do kolby destylowanej aparatu Kjeldahla i wrzuca kilka kawałków porcelany.

Pod chłodnicą umieszcza się odbieralnik zawierający 25 cm^3 0,1 N kwasu siarkowego tak, aby koniec chłodnicy zanurzony był niegłęboko w cieczy. Następnie wlewa się do kolby destylacyjnej z badanym roztworem 100 cm^3 40-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego, szybko zamyka, miesza się i rozpoczyna destylację, ogrzewając kolbę tak, aby ciecz w niej równomiernie wrzała. Po oddestylowaniu około 150 cm^3 płynu destylację uważa się za zakończoną.

Nadmiar kwasu w odbieralniku odmiareczkowuje się 0,1 N roztworem wodorotlenku sodowego wobec czerwieni metylowej jako wskaźnika. Równoległe należy przygotować próbkę kontrolną, zawierającą 25 cm^3 0,1 N roztworu kwasu siarkowego rozcieńczonego wodą destylowaną do objętości destylatu i następnie zmiareczkować ją 0,1 N roztworem wodorotlenku sodowego.

3.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość mocznika X_2 w badanej próbce obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{a - b}{c} \cdot 0,003003 \cdot 2 \cdot 100$$

w którym:

a - ilość 0,1 N roztworu wodorotlenku sodowego zużyta do miareczkowania kontrolnej próbki, cm^3 ,

- b** - ilość 0,1 N roztworu wodorotlenku sodowego zużyta do miareczkowania badanej próbki, cm^3 ,
c - odważka badanej próbki, g,
0,003003 - ilość mocznika odpowiadająca 1 cm^3 0,1 N kwasu siarkowego, g,
2 - współczynnik przeliczeniowy.

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

4. OBLICZANIE OGÓLNEJ ZAWARTOŚCI SUBSTANCJI POWIERZCHNIOWO CZYNNEJ W OBECNOŚCI MOCZNIKA

Ogólną zawartość substancji powierzchniowo czynnej w badanej próbce obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = X_1 - X_2$$

w którym:

- X_1** - zawartość substancji organicznych w badanej próbce, %,
 X_2 - zawartość mocznika w badanej próbce, %.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Dokumenty związane
Farmakopea Polska. T. 1 str. 80

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