

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMII GOSPODARCZEJ	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-84
	Środki do prania i mycia Płynne środki do ręcznego mycia naczyń Oznaczanie ogólnej zawartości substancji powierzchniowych	6143-01.05
		Grupa katalogowa 1416

1. ZASADA METODY

Metoda polega na wagowym oznaczaniu substancji organicznych, wyekstrahowanych z badanego środka alkoholem metylowym. Ogólną zawartość substancji powierzchniowo czynnych, w przypadku obecności w badanym środku mocznika, oblicza się z różnicy zawartości substancji organicznych i zawartości azotu oznaczonego metodą Kjeldahla, przeliczonego na mocznik.

W przypadku nieobecności mocznika, oznaczoną zawartość substancji organicznych przyjmuje się jako ogólną zawartość substancji powierzchniowo czynnych w badanym środku.

2. OZNACZANIE ZAWARTOŚCI SUBSTANCJI POWIERZCHNIOWO CZYNNEJ W PRZYPADKU NIEOBECNOŚCI MOCNIKA

2.1. Przyrządy i materiały

- Kolba stożkowa ze szlifem pojemności 200 ml.
- Kolba pomiarowa pojemności 200 ml.
- Lejek szklany.
- Łaźnia wodna.
- Sączek twardy.
- Suszarka laboratoryjna elektryczna.
- Zlewka pojemności 150 ml.

2.2. Odczynniki

- Alkohol metylowy cz.d.a.
- Siarczan sodowy cz.d.a.

2.3. Wykonanie oznaczania. Próbkę badanego produktu o masie około 2 g, odważonego z dokładnością do 0,001 g, umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 ml i ekstrahować 4-krotnie porcjami po 25 ml gorącego alkoholu metylowego (około 40°C). Ekstrakty zebrać do kolby stożkowej pojemności 200 ml, zawierającej około 20 g siarczanu sodowego.

Osuszony ekstrakt przesączyć do uprzednio wysuszonej w temperaturze 80°C kolby stożkowej pojemności 200 ml i oddestylować alkohol metylowy. Pozostałość w kolbie wysuszyć w temperaturze 80°C do stałej masy i zważyć.

2.4. Obliczanie wyników. Zawartość substancji organicznych rozpuszczalnych w alkoholu metylowym (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

- m_1 — masa suchej pozostałości, g,
 m — odważka badanej próbki, g.

2.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą wartością liczbową nie większą niż 0,2.

3. OZNACZANIE ZAWARTOŚCI MOCNIKA

3.1. Przyrządy

- Kolba Kjeldahla pojemności 300 ÷ 500 ml.
- Kolba pomiarowa pojemności 200 ml.
- Lejek szklany.
- Pipeta jednomiarowa pojemności 100 ml.
- Zestaw destylacyjny do oznaczania azotu metodą Kjeldahla wg Farmakopei Polskiej IV, T.I, s. 80.

3.2. Odczynniki i roztwory

- Czerwień metylowa, roztwór 0,1-procentowy.
- Kwas siarkowy cz.d.a. stężony 96-procentowy.
- Kwas/siarkowy, roztwór 0,05 mol/l.
- Siarczan miedziowy cz.d.a.
- Siarczan potasowy cz.d.a.
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 40-procentowy.
- Wodorotlenek sodowy, roztwór 0,1 mol/l.

3.3. Wykonanie oznaczania. W szklanej fiołce odważyć próbkę badanej substancji w ilości odpowiadającej około 0,085 g mocznika i wrzucić ostrożnie do kolby Kjeldahla pojemności 300 ÷ 500 ml, dodając 10 g sproszkowanego siarczanu potasowego, szczyptę siarczanu miedziowego oraz 25 ml stężonego kwasu siarkowego.

Kolbę ustawić ukośnie na siatce azbestowej, umieścić w jej szyjce lejek szklany i rozpocząć ogrzewanie.

Zgłoszona przez Instytut Chemii Przemysłowej
 Ustanowiona przez Ministra Przemysłu Chemicznego i Lekkiego
 dnia 5 stycznia 1984 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1984 r.
 (Dz. Norm. i Miar nr 4/1984 poz. 7)

Początkowo ogrzewać kolbę łagodnie, a następnie silnie aż ciecz będzie przezroczysta i zielonkawa, po czym ogrzewać ją jeszcze w ciągu co najmniej 30 min. Po ostygnięciu roztwór przelać ilościowo do kolby stożkowej, zawierającej 100 ml wody, a następnie po ochłodzeniu, z mny roztwór przelać ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 200 ml i uzupełnić wodą do kreski. Z kolby pomiarowej pobrać pipetą 100 ml roztworu, przenieść do kolby destylacyjnej aparatu Kjeldahla i wrzucić kilka kawałków porcelany. Pod chłodnicą zwrotną umieścić odbieralnik zawierający 25 ml roztworu kwasu siarkowego tak, aby koniec chłodnicy zanurzony był niegłęboko w cieczy.

Następnie wlać do kolby destylacyjnej z badanym roztworem 100 ml 40-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego, szybko zamknąć wymieszać i rozpocząć destylację, ogrzewając kolbę tak, aby ciecz w niej równomiernie wrzała. Po oddestygowaniu około 150 ml płynu destylację uważa się za zakończoną.

Nadmiar kwasu w odbieralniku odmiareczkować 0,1 mol/l roztworem wodorotlenku sodowego wobec czerwieni metylowej jako wskaźnika. Równolegle należy przygotować próbkę kontrolną zawierającą 25 ml 0,05 mol/l roztworu kwasu siarkowego rozcieńczonego wodą destylowaną do objętości destylatu i następnie zmiareczkować ją 0,1 mol/l roztworem wodorotlenku sodowego.

3.4. Obliczanie wyników. Zawartość mocznika (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,003003 \cdot 2 \cdot 100}{m} \quad (2)$$

w którym:

V — objętość 0,1 mol/l roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania próbki kontrolnej, ml,

V_1 — objętość 0,1 mol/l roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania badanej próbki, ml,

m — odważka badanej próbki, g,

0,003003 — ilość mocznika odpowiadająca 1 ml ściśle 0,05 mol/l 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

Ogólną zawartość substancji powierzchniowo czynnej (X_2) w badanej próbce zawierającej mocznik obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = X - X_1 \quad (3)$$

w którym:

X — zawartość substancji organicznych w badanej próbce, %,

X_1 — zawartość mocznika w badanej próbce, %.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa.

2. Dokumenty związane

Farmakopea Polska IV, T. 1, s. 80.

3. Autorzy projektu normy — mgr Tadeusz Dziadecki, doc. dr Alojzy Kłopotek, dr Lechosław Boliński, Czesław Szaniawski — Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa.