

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-64
	Oznaczanie substancji aktywnej w syntetycznych środkach anionowo-czynnych metodą <i>p</i> -toluidynową	6140-05
		Zamiast RN-60/MPCh-1588 Grupa katalogowa XIV 19

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie zawartości substancji aktywnej w syntetycznych środkach anionowo-czynnych na bazie alkiloarylosulfonianów oraz sulfonianów alkilowych metodą *p*-toluidynową.

1.2. Zastosowanie. Metodę podaną w normie stosuje się do oznaczania zawartości substancji aktywnej o znanym lub nieznanym ciężarze cząsteczkowym w syntetycznych środkach anionowo-czynnych, jak np. środki piorące, myjące, kosmetyczne, surowe itp., na bazie alkiloarylosulfonianów, sulfonianów i siarczanów alkilowych.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Oznaczanie zawartości substancji aktywnej w przypadku, gdy jej ciężar cząsteczkowy jest znany

2.1.1. Zasada oznaczania. Zawartość substancji aktywnej oznacza się przez wytworzenie związku kompleksowego z *p*-toluidyną, który następnie ekstrahuje się eterem etylowym i oznacza miareczkując wodorotlenkiem sodowym wobec czerwieni *o*-krezolowej jako wskaźnika.

2.1.2. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol etylowy cz.
b) Eter etylowy farmaceutyczny (bez nadtlenu).
c) Siarczan sodowy bezwodny świeżo prażony.
d) Odczynnik *p*-toluidynowy. 50 g *p*-toluidyny cz. rozpuścić w 300 cm³ gorącej wody destylowanej i 40 cm³ stężonego kwasu solnego. Po ochłodzeniu rozcieńczyć do 500 cm³; pH roztworu nie może być wyższe niż 2. W przeciwnym przypadku należy dodać kwasu. Roztwór *p*-toluidyny powinien mieć barwę jasnożółtą. W przypadku otrzymania ciemniejszego zabarwienia, *p*-toluidynę należy przekrystalizować z eteru naftowego.

e) Wodorotlenek sodowy roztwór 0,1N.

f) Czerwień *o*-krezolowa, 0,1-procentowy roztwór metanolowy.

2.1.3. Wykonanie oznaczania. Ze średniej próbki laboratoryjnej odważyć z dokładnością do 0,001 g taką ilość produktu, aby zawartość substancji aktywnej wynosiła około 1,0 g. Próbkę rozpuścić w 50 cm³ wody destylo-

wanej (w razie potrzeby ogrzać do całkowitego rozpuszczenia), przenieść ilościowo do rozdzielacza, popłukując zlewkę 25 cm³ wody i dodać 15 cm³ odczynnika *p*-toluidynowego i 50 cm³ eteru etylowego. Zawartość rozdzielacza wstrząsnąć silnie i pozostawić do rozdzielania się warstw. Warstwę wodną spuścić do drugiego rozdzielacza i dodać do niej ponownie 25 cm³ eteru etylowego. Po rozdzieleniu warstwę wodną odrzucić, a warstwy eterowe połączyć w rozdzielaczu, dodać 10 cm³ odczynnika *p*-toluidynowego i 40 cm³ wody destylowanej, po czym silnie wstrząsnąć. Po oddzieleniu się warstw warstwę wodną odrzucić, a warstwę eterową przesączyć przez bezwodny siarczan sodowy do kolby stożkowej pojemności 400 cm³. Rozdzielacz i sączek przemyć 25 cm³ eteru etylowego. Do kolby zawierającej przesącz eterowy dodać 100 cm³ alkoholu, uprzednio zobojętnionego 0,1N NaOH wobec 15 kropli czerwieni *o*-krezolowej do zmiany barwy na fioletową.

Roztwór który zmienił barwę na żółtą, natychmiast zmiareczkować w następujący sposób. Dodać z biurety około 90% przewidywanej objętości 0,1N NaOH, a następnie możliwie szybko zmiareczkować do zmiany barwy na fioletową.

W przypadku przeprowadzania analizy produktu, w którym nie jest znana przybliżona zawartość substancji aktywnej, wskazane jest wykonać jedno miareczkowanie dla wstępnego określenia objętości zużywanego wodorotlenku sodowego. Powolne miareczkowanie powoduje większe zużycie wodorotlenku sodowego, a tym samym podwyższenie wyników.

Zużycie 0,1N NaOH = V , cm³.

2.1.4. Obliczanie wyników. Zawartość substancji aktywnej AS obliczyć w procentach według wzoru

$$AS = \frac{V \cdot M}{100 \cdot g}$$

którym:

M — ciężar cząsteczkowy soli sodowej oznaczanego produktu,

objętość 0,1N NaOH zużytego do zmiareczkowania otrzymanego kompleksu *p*-toluidynowego, cm³,

g — odważka, g.

Zjednoczenie Przemysłu Środków Piorących i Kosmetyków
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Środków Piorących i Kosmetyków dnia 31 grudnia 1964 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 20 maja 1965 r.
(Mon. Pol. nr 24/65 poz. 122)

2.1.5. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną przynajmniej dwóch oznaczeń różniących się od siebie wartością liczbową nie większą niż 0,5.

2.2. Oznaczanie zawartości substancji aktywnej w przypadku, gdy jej ciężar cząsteczkowy nie jest znany

2.2.1. Zasada oznaczania. Zawartość substancji aktywnej oznacza się przez wytworzenie związku kompleksowego z *p*-toluidyną, który następnie ekstrahuje się eterem etylowym oraz oznacza wagowo i miareczkowo wodorotlenkiem sodu wobec czerwieni *o*-krezolowej jako wskaźnika.

Przed wytrąceniem kompleksu z *p*-toluidyną należy oddzielić substancje nieprzesulfonowane.

2.2.2. Odczynniki i roztwory — wg 2.1.2 oraz

- a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- b) Alkohol etylowy cz.
- c) Eter naftowy (frakcja o temperaturze wrzenia $30 \div 60^\circ\text{C}$).
- d) Czerwień Kongo, roztwór 0,1-procentowy.

2.2.3. Wykonanie oznaczania

2.2.3.1. Oddzielanie substancji nieprzesulfonowanych. Ze średniej próbki laboratoryjnej odważyć z dokładnością do 0,001 g taką ilość produktu, aby zawartość substancji aktywnej wynosiła około 2 g. Próbkę rozpuścić w 50 cm³ wody destylowanej (w razie potrzeby ogrzać do całkowitego rozpuszczenia), zakwasić 10-procentowym kwasem solnym wobec czerwieni Kongo do pierwszej zmiany barwy i dodać 50 cm³ alkoholu metylowego. Ekstrahować w rozdzielaczu za pomocą 25 cm³ eteru naftowego i pozostawić do czasu rozdzielania się warstw. Gdyby powstała emulsja, należy rozbić ją przez niewielki dodatek alkoholu metylowego. Wodno-alkoholową warstwę spuścić do drugiego rozdzielacza i ekstrahować jeszcze raz za pomocą 25 cm³ eteru naftowego. Wodno-alkoholowy roztwór po ekstrakcji odparować na łaźni wodnej aż do całkowitego usunięcia alkoholu (Roztwór A).

2.2.3.2. Wydzielanie kompleksu z *p*-toluidyną. Roztwór A wg 2.2.3.1 przenieść do rozdzielacza popłukując zlewkę 25 cm³ wody destylowanej. Dodać 25 cm³ odczynnika *p*-toluidynowego i wydzielić kompleks z *p*-toluidyną analogicznie jak w 2.1.3 z tym, że roztwór eterowy należy przesączyć nie do kolby stożkowej, ale do kolby pomiarowej pojemności 200 cm³. Rozdzielacz i sączek przemyć za pomocą 25 cm³ eteru etylowego, a zawartość kolby dopełnić do kreski eterem i dobrze wymieszać (Roztwór B).

2.2.3.3. Oznaczanie pozostałości. Odmierzyć 50 cm³ roztworu eterowego B, za pomocą suchej biurety, do zważonej szalki wysuszonej do stałej masy w eksykatorze próżniowym zawierającym świeży P₂O₅ lub stężony H₂SO₄. Większość eteru odparować na łaźni wodnej. Szalkę wstawić do eksykatora próżniowego jw. i włączyć pompę próżniową. Po 2 h wyjąć z eksykatora i zważyć. Następnie wstawić ponownie do eksykatora na godzinę i powtarzać suszenie i ważenie do osiągnięcia stałej masy (różnica nie powinna być większa niż 0,001 g).

Masa pozostałości — g_1 , mg.

2.2.3.4. Wykonanie miareczkowania. Do kolby pojemności 400 cm³ wlać 100 cm³ alkoholu etylowego i 15 kropli czerwieni *o*-krezolowej i zobojętnić 0,1N NaOH do zmiany barwy na fioletową. Następnie dodać z biurety 100 cm³ roztworu eterowego B, przy czym roztwór staje się żółty i miareczkować analogicznie jak w 2.1.3 0,1N NaOH do zmiany barwy na fioletową. Zużycie 0,1N NaOH — V_1 , cm³.

2.2.4. Obliczanie wyników

2.2.4.1. Ciężar cząsteczkowy soli sodowej alkiloarylosulfonianu M_1 obliczyć według wzoru

$$M_1 = \frac{20 \cdot g_1}{V_1} - 85,$$

w którym:

- V_1 — objętość 0,1N NaOH zużytego do zmiareczkowania 100 cm³ roztworu eterowego B, cm³,
 g_1 — masa pozostałości otrzymanej z 50 cm³ roztworu B, mg.

2.2.4.2. Zawartość substancji aktywnej AS obliczyć w procentach według wzoru

$$AS = \frac{2 \cdot V_1 \cdot M_1}{100 \cdot g}$$

w którym:

- M_1 — oznaczony ciężar cząsteczkowy soli sodowej,
 V_1 — objętość 0,1N NaOH zużytego do zmiareczkowania 100 cm³ roztworu eterowego B, cm³,
 g — odważka środka piorącego, g.

2.2.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną przynajmniej dwóch oznaczeń różniących się od siebie wartością liczbową nie większą niż 0,5.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

Uwagi do wydania III — bez zmian.