

WYROBY CHEMII GOSPODARCZEJ	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-88
	Wyroby chemii gospodarczej	6143-01/06
	Płynne środki	Zamiast BN-84/6143-01/05
	do ręcznego mycia naczyń	Grupa katalogowa 1416
	Oznaczanie zawartości suchej substancji organicznej	

1. WSTĘP

Przedmiotem niniejszego arkusza normy jest metoda oznaczania zawartości suchej substancji organicznej w płynnych środkach do ręcznego mycia naczyń.

2. ZASADA METODY

Metoda polega na wysuszeniu próbki badanego płynu do ręcznego mycia naczyń w temperaturze $105 \pm 1^\circ\text{C}$ do stałej masy. W przypadku braku w składzie recepturowym płynu mocznika i soli nieorganicznych (chloru sodowego, siarczanu sodowego, trójpolfosforanu sodowego), sucha pozostałość stanowi zawartość suchej substancji organicznej. Jeśli w składzie recepturowym występuje mocznik i/lub sole nieorganiczne, wówczas należy oznaczyć ich zawartość. Zawartość suchej substancji organicznej w tym przypadku stanowi różnica między suchą pozostałością a zawartością mocznika i/lub soli nieorganicznych.

3. OZNACZANIE

3.1. Oznaczanie zawartości suchej pozostałości

3.1.1. Aparatura

- Eksykator o średnicy około 30 cm wypełniony żelazem krzemionkowym, bezwodnym chlorkiem wapnia lub innym środkiem osuszającym.
- Naczynka wagowe o średnicy około 4,5 cm.
- Suszarka elektryczna z termoregulacją.

3.1.2. Wykonanie oznaczania. Do naczynka wagowego wysuszonego do stałej masy w temperaturze $105 \pm 1^\circ\text{C}$ odważyć około 2 g badanego płynu z dokładnością do 0,0004 g i suszyć w suszarce w temperaturze $105 \pm 1^\circ\text{C}$ przez 3 h. Po tym czasie wyjąć naczynko z suszarki, pozostawić w eksykatorze na 30 min i zważyć. Następnie wstawić naczynko do suszarki na 30 min, wyjąć je z suszarki, ostudzić w eksykatorze i zważyć. Czynności suszenia i studzenia w eksykatorze powtarzać do osiągnięcia różnicy między kolejnymi ważeniami nie większej niż 0,008 g.

3.1.3. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość suchej pozostałości (X_1) w badanym płynie do ręcznego mycia naczyń obliczyć w % (m/m) wg wzoru

$$X_1 = \frac{a \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

- a — masa suchej pozostałości, g,
 m — masa badanej próbki, płynu, g.

3.1.4. Wynik oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń różniących się od siebie wartością liczbową nie więcej niż 0,2.

3.2. Oznaczanie zawartości mocznika

3.2.1. Zasada metody. Oznaczanie polega na przeprowadzeniu azotu związanego organicznie w siarczan amonowy w toku mineralizacji, a następnie oddestylowaniu amoniaku z parą wodną ze środowiska alkaliznego.

Zawartość amoniaku w destylacie oznacza się metodą miareczkową.

3.2.2. Odczynniki i roztwory

- Czerwień metylowa, roztwór 0,1% (m/m).
- Kwas siarkowy cz.d.a stężony 96% (m/m).
- Kwas siarkowy, roztwór mianowany 0,05 mol/l.
- Siarczan miedziowy cz.d.a.
- Siarczan potasowy cz.d.a.
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 40% (m/m) i mianowany 0,1 mol/l.

3.2.3. Aparatura

- 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 (aparat Parnasa lub równorzędny).

3.2.4. Wykonanie oznaczania. W szklanej fiolece odważyć z dokładnością do 0,0005 g próbkę badanego płynu w ilości odpowiadającej około 0,085 g mocznika, po czym wrzucić ją ostrożnie do kolby Kjeldahla dodając 10 g sproszkowanego siarczanu potasowego, 0,5 g

Zgłoszona przez Instytut Chemii Przemysłowej
 Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 29 grudnia 1988 r.
 jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1989 r.
 (Dz. Norm. i Miar nr 3/1989, poz. 6)

sproszkowanego siarczany miedziowego i 25 ml stężonego kwasu siarkowego. Kolbę Kjeldahla ustawić ukośnie na siatce azbestowej, umieścić w jej szyjce szklany lejek i ogrzewać łagodnie w temperaturze niższej od temperatury wrzenia, a w przypadku pienienia się mieszaniny ogrzewać w ten sposób do jego zaniku. Następnie zwiększyć intensywność ogrzewania utrzymując zawartość kolby w stanie łagodnego wrzenia do chwili, gdy ciecz w kolbie stanie się klarowna o zabarwieniu jasnozielonkawym. Od tego momentu ogrzewanie kolby kontynuować jeszcze przez godzinę. Po ochłodzeniu roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 200 ml i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Po dokładnym wymieszaniu pobrać pipetą 100 ml roztworu, przenieść do kolby destylacyjnej aparatu Parnasa popłukując kolbę kilkakrotnie wodą destylowaną do ogólnej objętości roztworu około 150 ml. Następnie do kolby destylacyjnej wrzucić kilka kawałków potłuczonej, niepolerowanej porcelany lub dodać kilka mililitrów płynnej parafiny. Kolbę destylacyjną połączyć przez łapacz kropli z chłodnicą wodną, umieścić w niej wkraplacz i rurkę doprowadzającą parę wodną sięgającą blisko dna. W odbieralniku (kolba stożkowa pojemności 300 ml) umieścić 50 ml mianowanego roztworu kwasu siarkowego i dodać 3 krople czerwieni metylowej. Odbieralnik z roztworem kwasu siarkowego umieścić pod chłodnicą w ten sposób, aby koniec chłodnicy był zanurzony w roztworze i nie dotykał dna. Następnie do kolby destylacyjnej z badanym roztworem wlać z wkraplacza 100 ml 40% roztworu wodorotlenku sodowego, kolbę szybko zamknąć i rozpocząć destylację.

Kolbę należy ogrzewać tak, aby znajdująca się w niej ciecz równomiernie wrzała. Po oddestylowaniu około 150 ml cieczy destylację (ogrzewanie) należy przerwać. Następnie odłączyć odbieralnik spłukując koniec chłodnicy wodą destylowaną. Nadmiar kwasu w odbieralniku odmiareczkować mianowanym roztworem wodorotlenku sodowego wobec czerwieni metylowej jako wskaźnika.

Równoległe należy przygotować próbkę kontrolną zawierającą 25 ml 0,05 mol/l kwasu siarkowego rozcieńczonego wodą destylowaną do objętości uzyskanego destylatu i następnie miareczkować ją mianowanym roztworem wodorotlenku sodowego.

3.2.5. Obliczanie wyników. Zawartość mocznika (X_2) w badanym płynie do ręcznego mycia naczyń obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,003003 \cdot 2 \cdot 100}{m_1} \quad (2)$$

w którym:

V — objętość mianowanego roztworu wodorotlenku sodowego o stężeniu 0,1 mol/l zużytego do zmiareczkowania próbki kontrolnej, ml,

V_1 — objętość mianowanego roztworu wodorotlenku sodowego o stężeniu 0,1 mol/l zużytego do zmiareczkowania próbki badanej, ml,

0,003003 — ilość mocznika odpowiadająca 1 ml roztworu kwasu siarkowego o stężeniu 0,05 mol/l, g,

m_1 — masa badanej próbki płynu, g,

2 — współczynnik przeliczeniowy uwzględniający rozcieńczenie badanej próbki.

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

3.3. Oznaczanie zawartości chlorków — wykonać wg BN-87/6140-08/12

3.4. Oznaczanie zawartości siarczanów — wykonać wg BN-87/6140-08/11

3.5. Oznaczanie zawartości fosforanów — wykonać wg PN-83/C-04824 przeliczając na trójpolifosforan sodowy.

4. WYNIK OZNACZANIA

4.1. Obliczanie wyniku. Zawartość suchej substancji organicznej (X) w płynach do ręcznego mycia naczyń zawierających w swoim składzie mocznik, chlorek sodowy, siarczan sodowy i trójpolifosforan sodowy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = X_1 - (X_2 + X_3 + X_4 + X_5) \quad (3)$$

w którym:

X_1 — zawartość suchej pozostałości oznaczona wg 3.1, % (m/m),

X_2 — zawartość mocznika oznaczona wg 3.2, % (m/m),

X_3 — zawartość chlorków oznaczona wg BN-87/6140-08/12, % (m/m),

X_4 — zawartość siarczanów oznaczona wg BN-87/6140-08/11, % (m/m),

X_5 — zawartość trójpolifosforanu sodowego oznaczona wg PN-83/C-04824, % (m/m).

W przypadku płynów nie zawierających w swoim składzie wszystkich z wyżej wymienionych dodatków (np. w składzie recepturowym nie występują: mocznik, trójpolifosforan sodowy i siarczan sodowy) należy stosować wzór w formie skróconej

$$X = X_1 - X_3 \quad (4)$$

4.2. Wynik końcowy. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń różniących się od siebie wartością liczbową nie więcej niż 0,2.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Chemii Przemysłowej w Warszawie.

2. Normy i dokumenty związane

PN-83/C-04824 Środki do prania i mycia. Proszki do prania. Oznaczanie zawartości fosforanów

BN-87/6140-08/11 Szampony do włosów. Metody badań. Oznaczanie siarczanów metodą miareczkowania potencjometrycznego

BN-87/6140-08/12 Szampony do włosów. Metody badań. Oznaczanie chlorków

Farmakopea Polska IV.T.I, s. 82. Państwowy Zakład Wydawnictw Lekarskich Warszawa 1965 r.

3. Autor projektu normy — dr Lechosław Boliński — Instytut Chemii Przemysłowej w Warszawie.

4. Symbol wg SWW — 1323-21.