

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-84
	Środki powierzchniowo czynne Metody badań	6069-29
	Oznaczanie zawartości substancji ekstrahowanych	
	eterem naftowym	Grupa katalogowa 1099

1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania zawartości substancji ekstrahowanych eterem naftowym w sulfonowanych i siarczanowanych środkach powierzchniowo czynnych. Metoda nie dotyczy siarczanowanych polioksyetylenowanych związków.

Substancja wyekstrahowana eterem naftowym składa się ze związków:

- nie zawierających siarki; są to substancje nie zsulfonowane i te które nie ulegają sulfonacji,
- zawierających siarkę, lecz nie ulegających dysocjacji w roztworze wodnym (np. sulfony).

2. Zasada metody. Metoda polega na rozpuszczeniu próbki środka powierzchniowo czynnego i ekstrahowaniu substancji rozpuszczalnych w eterze naftowym.

3. Aparatura, odczynniki i roztwory

- a) Rozdzielacze pojemności 250 ml lub 500 ml — 3 sztuki.
- b) Zestaw do destylacji z kolbą pojemności 250 ml.
- c) Lejek szklany o średnicy około 8 cm.
- d) Kwas solny, roztwór o $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$ lub $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$.
- e) Wodorotlenek sodowy, roztwór o $c(\text{NaOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$ lub $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.
- f) Alkohol etylowy, roztwór 50%(V/V).
- g) Eter naftowy o temperaturze wrzenia w zakresie $40 \div 60^\circ\text{C}$ lub *n*-heksan 95%(V/V), o temperaturze wrzenia $40 \div 60^\circ\text{C}$.
- h) Siarczan sodowy bezwodny cz.d.a.
- i) Aceton cz.d.a.
- j) Fenoloftaleina, roztwór przygotowany wg PN-81/C-06501.

4. Przygotowanie próbki do badań. Dla środków powierzchniowo czynnych zawierających mniej niż 2%(m/m) związków rozpuszczalnych w eterze naftowym, w zlewce pojemności 100 ml odważyć około 20 g badanej próbki, z dokładnością do 0,001 g i około 10 g, gdy zawartość oznaczanych związków jest większa niż 2%(m/m).

Odważoną próbkę rozpuścić w 50 ml roztworu 50%(m/m) alkoholu etylowego. Dla przyspieszenia rozpuszczania próbkę można podgrzać do temperatury 50°C , dobrze wymieszać i ochłodzić do temperatury otoczenia.

5. Wykonanie oznaczania. Przygotowaną wg p. 4 próbkę zneutralizować roztworem kwasu solnego lub roztworem wodorotlenku sodowego wobec fenoloftaleiny do słabo różowego zabarwienia i przenieść ilościowo do rozdzielacza (A) przemywając zlewkę dwukrotnie porcjami po 25 ml roztworem 50%(m/m) alkoholu etylowego. Dodać 50 ml eteru naftowego i silnie wstrząsać przez 30 s.

W przypadku powstania emulsji dodać 20 ml 50%(m/m) alkoholu etylowego.

Warstwę wodno-alkoholową przelać do drugiego rozdzielacza (B) i powtórzyć ekstrahowanie dwukrotnie, porcjami po 50 ml eteru naftowego. Wszystkie porcje eteru naftowego zlać do jednego rozdzielacza (A), spłukać ścianki rozdzielaczy małymi porcjami eteru naftowego.

Zebrany ekstrakt eterowy przesączyć przez twardy sączek wypełniony bezwodnym siarczanem sodowym do uprzednio wysuszonej i zważonej z dokładnością do 0,0001 g kolby pojemności 250 ml, zawierającej kilka kawałków niepolerowanej porcelany lub fajansu.

Rozdzielacz i sączek przemyć dwukrotnie 20 ml eteru naftowego.

Eter oddestylować na łaźni wodnej prawie do sucha. Do pozostałości dodać 10 ml acetonu i odparować do sucha, przyspieszając odparowanie strumieniem powietrza lub azotu skierowanego na powierzchnię cieczy i suszyć w suszarce, w temperaturze $80^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$, w ciągu 2 h, ochłodzić kolbę w eksykatorze i zważyć. Następnie wstawić ponownie do suszarki i powtarzać suszenie i ważenie do osiągnięcia stałej masy (różnica masy między kolejnymi ważeniami nie powinna być większa niż 0,0002 g).

6. Obliczanie wyniku. Zawartość substancji ekstrahowanych eterem naftowym (X_1) obliczyć wg wzoru, %(m/m)

$$X_1 = \frac{m_1}{m_o} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

m_o — odważka badanej próbki, g,

m_1 — masa pozostałości po wysuszeniu, g.

Zgłoszona przez Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej BLACHOWNIA
Ustanowiona przez Ministra Przemysłu Chemicznego i Lekkiego dnia 12 lipca 1984 r.
jako norma obowiązująca od dnia 4 lipca 1985 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 8/85, poz. 14)

Zawartość substancji ekstrahowanych eterem naftowym, w odniesieniu do 100%(m/m) substancji aktywnej (X_2), obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100}{m_o \cdot S} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

m_o — odważka badanej próbki, g,

m_1 — masa pozostałości po wysuszeniu, g,

S — zawartość substancji aktywnej w próbce, %(m/m).

7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń, różniących się między sobą nie więcej niż o 0,3% wartości bezwzględnej wyniku.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej BLACHOWNIA w Kędzierzynie-Koźlu.

2. Normy związane
PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników

3. Normy międzynarodowe
ISO 893-1978 Surface active agents. Technical sodium alkane sulphates. Methods of analysis
ISO 895-1977 Surface active agents. Technical sodium secondary alkylsulphates. Methods of analysis

4. Zgodność z normami międzynarodowymi

a) ustalono dokładność odważania próbki do 0,001 g, zgodnie z normami ISO,

b) na wniosek zakładów przemysłowych postanowiono za wynik badania przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 0,3% wartości bezwzględnej wyniku, a nie o 0,1% jak ustalono w normie RWPG.

5. Autor projektu normy — mgr inż. Mirosława Głońska — Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej BLACHOWNIA w Kędzierzynie-Koźlu.