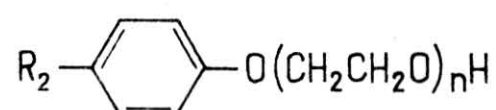


ŚRODKI POMOCNICZE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-80
	Środki pomocnicze dla włókiennictwa Oznaczanie zawartości wolnych glikoli polietylenowych i adduktów w niejonowych związkach powierzchniowo czynnych	6060-20
		Grupa katalogowa 1099

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania wolnych glikoli polietylenowych i adduktów w oksyetylenowanych alkoholach tłuszczowych i alkilofenolach.

1.2. Zakres stosowania metody. Metodę stosuje się do związków zawierających od 2 do 10 grup oksyetylenowych w cząsteczce o wzorach



w których:

n — średnia ilość grup oksyetylenowych w jednej cząsteczce,

R_1 — prosty lub rozgałęziony łańcuch alkilowy, zawierający zwykle 10 ÷ 18 atomów węgla,

R_2 — rozgałęziony łańcuch alkilowy, zwykle nonyl lub oktyl.

2. METODA BADANIA

2.1. Zasada metody. Metoda polega na rozdzieleniu glikoli polietylenowych od adduktów przez selektywną ekstrakcję dwufazowym układem, jakim jest octan etylu i roztwór chlorku sodowego w temperaturze $35 \pm 1^\circ\text{C}$.

W tych warunkach do fazy organicznej (octan etylu) przechodzą addukty, a do fazy wodnej (roztwór chlorku sodowego) — wolne glikole polietylenowe.

2.2. Sposoby wykonywania oznaczeń. Wymaganą temperaturę rozdzielania $35 \pm 1^\circ\text{C}$ można uzyskać dwoma sposobami.

Sposób A polega na wykonaniu rozdzielania w termostatowanym pomieszczeniu, w którym znajdują się odczynniki, roztwory i aparatura.

Sposób B polega na wykonaniu rozdzielania w rozdzielaczach zaopatrzonych w płaszcz wodny i podłączonych do termostatu.

Dopuszcza się prowadzenie ekstrakcji w rozdzielaczu zwykłym umieszczonym w termostacie.

2.3. Odczynniki i roztwory

a) Aceton bezwodny cz.d.a.

b) Chlorek sodowy cz.d.a., roztwór przygotowany przez rozpuszczenie 300 g chlorku sodowego w 1 dm³ wody.

c) Chloroform cz.d.a.

d) Eter naftowy — frakcja ($40 \div 60^\circ\text{C}$).

e) Octan etylu cz.d.a.

2.4. Aparatura

a) Kolba płaskodenna pojemności 250 cm³, szlif 29 — 2 sztuki.

b) Kolba stożkowa pojemności 500 cm³, szlif 29.

c) Nasadka destylacyjna z chłodnicą Liebiga.

d) Rozdzielacz z korkiem szlifowanym pojemności 250 cm³ do sposobu A — 3 sztuki.

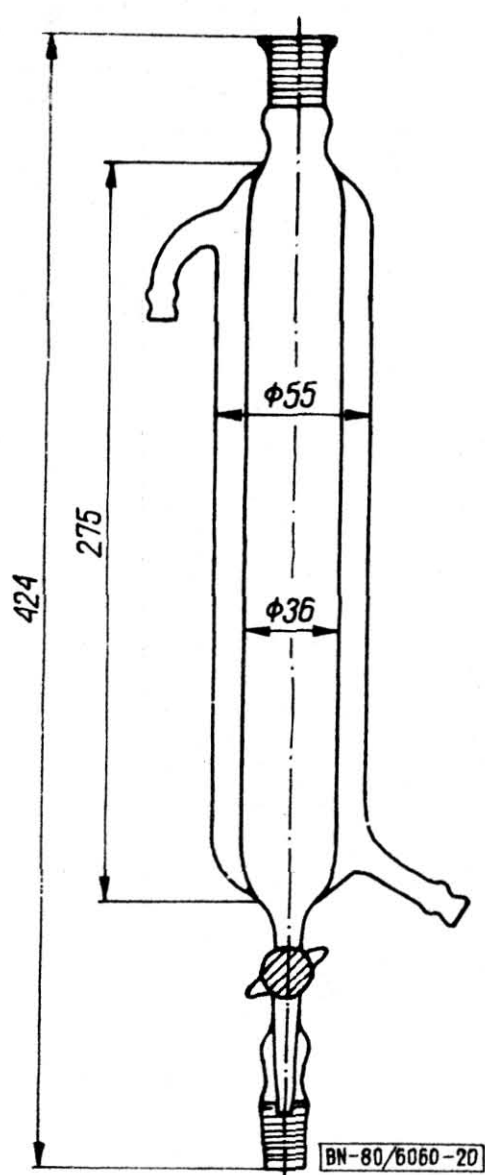
e) Rozdzielacz z korkiem szlifowanym pojemności 250 cm³, z płaszczem wodnym wg rysunku do sposobu B — 3 sztuki.

f) Rozdzielacz z korkiem szlifowanym pojemności 500 cm³.

g) Suszarka do włosów.

h) Termostat.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 24 października 1980 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1981 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 1/1981 poz. 3 i Dz. Norm. i Miar nr 9/1981 poz. 47)



2.5. Przygotowanie próbek do badań. Próbkę produktu ciekłego i klarownego wymieszać pręcikiem szklanym do uzyskania całkowitej jednorodności.

Próbkę mętną lub zawierającą cząstki stałe ogrzać w zakrytym naczyniu do temperatury nie wyższej niż 45°C i wymieszać pręcikiem szklanym.

Próbkę produktu stałego ogrzać do temperatury 45°C do roztopienia, mieszać dopóki nie skrzepnie i pozostawić do ochłodzenia w temperaturze pokojowej.

2.6. Wykonanie oznaczeń

2.6.1. Rozdzielenie glikoli polietylenowych i adduktów (niejonowych substancji czynnych). Odważyć 10 g próbki z dokładnością do 0,01 g dla zawartości glikoli od 1 do 3% lub 5 g próbki dla zawartości glikoli powyżej 3%, rozpuścić w octanie etylu, ilościowo przenieść do rozdzielacza pojemności 250 cm³ (A), używając do tego celu 75 cm³ rozpuszczalnika. Dodać 50 cm³ wodnego roztworu chlorku sodowego, zawartość wstrząsać przez 1 min i pozostawić co najmniej na 30 min, aby nastąpiło wyraźne rozdzielenie na dwie warstwy.

Oddzielić część wodną i przenieść ją do drugiego rozdzielacza pojemności 250 cm³ (B).

Do rozdzielacza (A) z octanem etylu dodać jeszcze 50 cm³ wodnego roztworu chlorku sodowego i ekstrakować jak za pierwszym razem. Czynność tę powtórzyć dwa razy.

W rozdzielaczu (B) po tych operacjach znajduje się 150 cm³ roztworu chlorku sodowego. Dodać do tego 25 cm³ octanu etylu, wytrząsnąć i zostawić na 30 min. Oddzielić następnie część wodną i przenieść do trzeciego rozdzielacza pojemności 250 cm³ (C).

Do rozdzielacza (C) dodać 25 cm³ octanu etylu, wytrząsnąć i pozostawić do rozdzielenia. Wodną część zebrać do rozdzielacza pojemności 500 cm³ (D).

Pozostałą fazę organiczną przenieść z rozdzielacza (C) do (B).

W rozdzielaczu (B) zawierającym około 50 cm³ octanu etylu, użytego uprzednio do przemycia roztworu, dodać 25 cm³ wodnego roztworu chlorku sodowego, wytrząsnąć i po rozdzieleniu wodną fazę przenieść do rozdzielacza (C).

Przenieść wszystko z rozdzielacza (C) do (D).

Rozdzielacz (C) przemyc 10 cm³ wodnego roztworu chlorku sodowego, który następnie dodać do rozdzielacza (D). W ten sposób rozdzielacz (D) zawiera wodny roztwór chlorku sodowego z glikolem polietylenowym natomiast addukt zawarty w roztworze octanu etylu znajduje się w rozdzielaczach (A) i (B).

2.6.2. Oznaczanie zawartości adduktu. Do kolby destylacyjnej z korkiem szlifowanym, pojemności 250 cm³, przenieść roztwór octanu etylu z rozdzielacza (A). Roztworem z rozdzielacza (B) przemyc rozdzielacz (A) i roztwór ten dodać do kolby destylacyjnej.

25 cm³ octanu etylu dwukrotnie przemyc kolejno rozdzielacz (B) i (A) i dołączyć do kolby destylacyjnej. Po oddestylowaniu rozpuszczalnika z kolby, rozpuścić pozostałość w 75 cm³ octanu etylu, ogrzać do 45°C i przesączyć do zważonej uprzednio kolby destylacyjnej z dopasowanym korkiem, stosując bibułę do sączenia Whatman 541 o średnicy 9 cm.

Kolbę pierwszą i bibułę do sączenia przemyc 6-krotnie 10 cm³ ciepłego octanu etylu, a przesącze zebrać do kolby destylacyjnej. Rozpuszczalnik oddestylować na łaźni wodnej, a resztki usunąć strumieniem suchego, chłodnego powietrza. Następnie dodać 10 cm³ eteru naftowego, odparować i resztki rozpuszczalnika usunąć strumieniem powietrza.

Kolbę zakryć korkiem, ochłodzić w eksykatorze i szybko zważyć, po czym korek wyjąć, kolbę umieścić w suszarce w temperaturze 100 ± 2°C na 10 min, przedmuchać chłodnym powietrzem i ponownie zważyć.

Ogrzewanie i ważenie powtarzać dotąd, aż różnica między kolejnymi ważeniami nie będzie przekraczać 0,1% masy adduktu.

Zawartość adduktu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

m_1 — masa adduktu, g,

m_o — odważka badanej próbki, g.

Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń, różniących się nie więcej niż o 1 % ich średniej arytmetycznej.

2.6.3. Oznaczanie zawartości glikoli polietylenowych. Do rozdzielacza (D) zawierającego fazę wodną dodać 100 cm³ chloroformu, dobrze wstrząsnąć i pozostawić na 10 min. Oddzielić warstwę chloroformu i przenieść do kolby destylacyjnej pojemności 500 cm³. Czynność tę powtórzyć jeszcze raz.

Chloroform oddestylować, a pozostałość rozpuścić w 50 cm³ chloroformu. Przesączyć do uprzednio zważonej kolby z dopasowanym korkiem, korzystając z bibuły do sączenia Whatman 541, o średnicy 9 cm.

Pierwszą kolbę i bibułę przemyć 6-krotnie 10 cm³ ciepłego chloroformu, a przesącz zebrać do zważonej kolby destylacyjnej.

Rozpuszczalnik oddestylować na łaźni wodnej. Pozostałość suszyć dwukrotnie 10 cm³ eteru naftowego, jak w 2.6.2.

Ogrzewanie i ważenie powtarzać dotąd, aż różnica między kolejnymi ważeniami nie będzie przekraczać 0,2% masy glikoli polietylenowych.

Zawartość glikoli polietylenowych (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_2 \cdot 100}{m_o} \quad (2)$$

w którym:

m_2 — masa glikoli polietylenowych, g,

m_o — odważka badanej próbki, g.

Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń, różniących się nie więcej niż o 5% ich średniej arytmetycznej.

2.7. Zaokrąglanie i zapisywanie liczb dotyczących końcowych wyników oznaczeń — wg PN-70/N-02120.

2.8. Protokół badań powinien zawierać następujące dane:

- a) datę i miejsce wykonania oznaczania,
- b) nazwę i rodzaj badanej substancji,
- c) stosowany rodzaj oznaczania,
- d) wyniki poszczególnych oznaczeń,
- e) wynik końcowy oznaczania,
- f) odchylenia przy pracy mające wpływ na otrzymane wyniki,
- g) imię i nazwisko osoby wykonującej oznaczanie.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników ORGANIKA, Zgierz.

2. Normy związane

PN-70/N-02120 Zasada zaokrąglania i zapisywania liczb

3. Zalecenia międzynarodowe

RWPG PC 5710-77 Текстильно-вспомогательные вещества. Определение содержания свободных палигликолей в неионогенных тензидах

ISO 2268-1972 Agents de surface (non ioniques). Determination du polyéthylène glycol et de la matière active nonionique (condensat). Methode de Weibull

4. Autorzy projektu normy — dr Aleksander Braun i mgr inż. Bożena Czajkowska — Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników ORGANIKA, Zgierz.