

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMII GOSPODARCZEJ	NORMA BRANŻOWA	BN-81 <hr/> 6149-01
	Środki do prania i mycia Metody badań Oznaczanie zawartości kosulfonatu w mydle	
	<small>Grupa katalogowa 1419</small>	

1. Przedmiotem normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania zawartości kosulfonatu w mydle.

2. Zasada metody. Metoda polega na ilościowym określeniu zawartości kosulfonatu metodą miareczkowania dwufazowego z zastosowaniem wskaźnika mieszanego kationowego (bromek dimidiowy) i anionowego (błękit dwusulfinowy VN 150) oraz roztworu Hyaminy 1622 jako czynnika miareczkującego. Kosulfonat tworzy sól z barwnikiem kationowym, rozpuszczalną w warstwie chloroformowej, zabarwiając ją na kolor czerwonoróżowy. Przy końcu miareczkowania kation Hyaminy tworzy z barwnikiem anionowym sól, która rozpuszcza się w chloroformie zabarwiając go na niebiesko.

3. Przyrządy

- a) Biureta pojemności 25 cm³.
- b) Cylinder pomiarowy pojemności 100 cm³ z doszlifowanym korkiem.
- c) Cylinder pomiarowy pojemności 25 cm³.
- d) Kolby pomiarowe pojemności 1000 cm³, 500 cm³, 100 cm³.
- e) Pipety jednomiarowe pojemności 25 cm³, 50 cm³.

4. Odczynniki i roztwory

- a) Chloroform cz. d. a.
- b) Kwas solny cz. d. a., roztwór 10-procentowy.
- c) Kwas siarkowy cz. d. a. stężony.
- d) Hyamina 1622 (produkowana między innymi przez Rohm and Haas Co USA) 0,004M roztwór Hyaminy 1622 przygotowany w następujący sposób: odważyć 1,864 g Hyaminy 1622, rozpuścić w wodzie destylowanej, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać. Roztwór jest trwały.

e) Tetrapropylenobenzenosulfonian sodowy, 5-procentowy roztwór wzorcowy firmy Merck.

f) Wskaźnik kwaśny przygotowany w następujący sposób: napełnić do połowy wodą destylowaną kolbę pomiarową pojemności 500 cm³, dodać 20 cm³ roztworu kwasu siarkowego (przygotowanego przez zmieszanie 86 cm³ wody destylowanej i 14 cm³ stężonego kwasu siarkowego), 20 cm³ wskaźnika podstawowego i uzupełnić wodą destylowaną do kreski.

g) Wskaźnik podstawowy: bromek dimidiowy - błękit dwusulfinowy (Dimidium bromide - Disulphine Blue VN) firmy BDH W. Brytania.

5. Mianowanie 0,004M roztworu Hyaminy 1622. Odważyć z dokładnością do 0,001 g 14 g 5-procentowego wzorcowego roztworu tetrapropylenobenzenosulfonianu sodowego, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać. Do cylindra pojemności 100 cm³ z doszlifowanym korkiem odpipetować 25 cm³ tego roztworu, dodać 15 cm³ chloroformu oraz 10 cm³ wskaźnika kwaśnego. Roztwór ten miareczkować roztworem 0,004M Hyaminy 1622. Roztwór miareczkujący dodawać porcjami po około 2 cm³ i mocno wstrząsać, a pod koniec miareczkowania dodawać kroplami. W pobliżu punktu równoważnikowego zanika emulsja i zaczyna wydzielać się różowa warstwa chloroformowa. Miareczkować do momentu całkowitego zaniku barwy różowej i zabarwienia się warstwy chloroformowej na kolor szary. Przy nadmiarze odczynnika warstwa chloroformowa staje się niebieska.

Zgłoszona przez Instytut Chemii Przemysłowej
 Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Chemii Gospodarczej dnia 11 listopada 1981 r.
 jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1982 r.
 (Dz. Norm. i Miar nr 1/1982 poz. 2)

Współczynnik f należy obliczyć wg wzoru

$$f = \frac{a \cdot m \cdot 125}{V_1 \cdot 348} \quad (1)$$

w którym:

a – zawartość substancji aktywnej w roztworze wzorcowym, %,

m – masa roztworu wzorcowego, g,

V_1 – ilość roztworu Hyaminy 1622 zużyta do miareczkowania, cm^3 ,

348 – masa cząsteczkowa tetrapropylenobenzenosulfonianu sodu, g,

125 – współczynnik przeliczeniowy.

6. Wykonanie oznaczenia. Odważyć około 2 g badanego mydła z dokładnością do 0,001 g, rozpuścić w wodzie destylowanej, dodać kilka kropli roztworu kwasu solnego do uzyskania odczynu kwaśnego (papierek wskaźnikowy uniwersalny), przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm^3 , uzupełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać. Następnie do cylindra pojemności 100 cm^3 z doszlifowanym korkiem odmierzyć pipetą

50 cm^3 tego roztworu, dodać 15 cm^3 chloroformu i 10 cm^3 wskaźnika kwaśnego. Roztwór miareczkować mianowanym roztworem Hyaminy 1622 wg p. 5.

7. Obliczanie wyniku oznaczenia. Zawartość kosulfonatu (X) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{V_2 \cdot f \cdot M}{m \cdot 125} \quad (2)$$

w którym:

V_2 – ilość 0,004M roztworu Hyaminy 1622 zużyta do miareczkowania, cm^3 ,

f – współczynnik oznaczony wg p. 5,

M – średnia masa cząsteczkowa kosulfonatu, g/mol = 350,6,

m – masa badanej próbki, g,

125 – współczynnik przeliczeniowy.

8. Wynik końcowy oznaczenia. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej trzech oznaczeń różniących się między sobą wartością liczbową nie większą niż 0,5.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Institucja opracowująca normę – Instytut Chemii Przemysłowej.

2. Autorzy projektu normy – mgr inż. Ewa Sipińska, dr inż. Krystyna Cegłowska.