

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMII GOSPODARCZEJ	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-84
	Środki do prania i mycia Płynne środki do ręcznego mycia naczyń Wykrywanie pozostałości związków powierzchniowo czynnych na naczyniach	6143-01.06
		Grupa katalogowa 1416

1. Zasada metody Powierzchnie talerzy po umyciu w roztworze badanego środka i wypłukaniu w wodzie wmywa się wodnym roztworem etanolu. W zagęszczonym roztworze pochodzącym z wmywania wykrywa się pozostałość związków powierzchniowo czynnych metodą chromatografii cienkowarstwowej.

2. Aparatura, przyrządy i materiały

- Gruszka gumowa do spryskiwaczy.
- Komora chromatograficzna.
- Mikropipety do nanoszenia roztworów z podziałką co 1 μ l.
- Płytki do chromatografii cienkowarstwowej o wymiarach 20×20 cm.
- Probówki stożkowe do wirowania skalibrowane na 1 i 2 ml.

f) Rynienka szklana o średnicy 35 ÷ 40 mm i długości 205 ÷ 210 mm.

g) Spryskiwacze do roztworów wywołujących.

h) Suszarka do włosów.

i) Wirówka laboratoryjna.

3. Odczynniki i roztwory

- Etanol cz.d.a. 96-procentowy.
- Żel krzemionkowy G, firmy Mercka wg Stahla.
- Roztwór wzorcowy anionowego związku powierzchniowo czynnego: 0,5-procentowy roztwór soli sodowej siarczanu laurylowego w etanolu rozcieńczonym wodą destylowaną w stosunku 1 + 1.

d) Roztwór wzorcowy niejonowego związku powierzchniowo czynnego: 0,05-procentowy roztwór oksyetylowanego nonylofenolu (np. Rokafenolu N8) w etanolu rozcieńczonym wodą destylowaną w stosunku 1 + 1.

e) Roztwór rozwijający: mieszanina octanu etylu, metanolu i stężonego amoniaku w stosunku: 60 + 15 + 5.

Roztwór tak przygotowany po trzech dniach nie nadaje się do użytku ze względu na hydrolizę octanu etylu.

f) Roztwór wywołujący fuksyny karbolowej lub zasadowej: 0,05-procentowy roztwór w etanolu.

g) Roztwór wywołujący jodoplatynianu potasowego przygotowany w następujący sposób: 5 ml 5-procentowego roztworu chlorku platyny w 1-molowym roztwo-

rze kwasu solnego zmieszać z 45 ml 10-procentowego roztworu jodku potasowego i dodać 100 ml wody destylowanej.

Roztwór przechowywany w ciemnej butelce zachowuje trwałość w ciągu 3 tygodni.

h) Zmodyfikowany odczynnik Dragendorffa przygotowany z następujących roztworów:

Roztwór A: 0,425 g zasadowego azotanu bizmutowego rozpuścić w 20 ml wody destylowanej, dodać 5 ml lodowatego kwasu octowego.

Roztwór B: 4 g jodku potasowego rozpuścić w 10 ml wody destylowanej.

Roztwór C: zmieszać w ciemnej butelce roztwór A i roztwór B.

Roztwór zmodyfikowanego odczynnika do wywołania chromatogramu przygotować następująco: 10 ml roztworu C i 20 ml lodowatego kwasu octowego uzupełnić wodą destylowaną do 100 ml.

4. Przygotowanie talerzy do badań. Z powierzchni talerzy należy wmyć pozostałości związków powierzchniowo czynnych. Zwikciem waty zwilżonym wodnym roztworem etanolu 1+1 nawiniętym na końcu szczypec, zmyć całą powierzchnię talerza, po czym wrzucić zwitek do kolby lub słoika z doszlifowanym korkiem. Zmywanie powtórzyć jeszcze dwukrotnie. Watę odcisnąć przecikiem przelewając roztwór etanolowy do parownicy szklanej pojemności 100 ÷ 150 ml, kolbę (słoik) z watą popłukać jeszcze dwukrotnie porcjami po 25 ml roztworu etanolu, wstrząsając silnie naczyniem i przelewając roztwór do parownicy. Zawartość parownicy zagęścić (odparować) na łaźni wodnej do objętości około 5 ml.

Oznaczenie należy wykonać na talerzach umytych i wypłukanych zgodnie z BN-74/6153-03, z pominięciem procesu wywoływania jodem. Do badań należy pobrać co najmniej 5 sztuk talerzy.

5. Wykonanie oznaczenia. Parownicę z zagęszczonym do 5 ml roztworem związków powierzchniowo czynnych wmytych z powierzchni talerzy ogrzewać jeszcze pewien czas na łaźni wodnej, zagęszczając go do około 1 ml, po czym przenieść roztwór do probówek stoż-

Zgłoszona przez Instytut Chemii Przemysłowej
Ustanowiona przez Ministra Przemysłu Chemicznego i Lekkiego dnia 5 stycznia 1984 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1. lipca 1984 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 4/1984 poz. 7)

kowych do wirowania, popłukując parownicę etanolem. Roztwory w probówkach po wymieszaniu zagęścić pod zmniejszonym ciśnieniem do objętości 1 lub 2 ml (zanotować objętość) i jeśli trzeba odwirować.

Następnie płytki pokryć żelazem krzemionkowym o grubości warstwy 0,25 mm a następnie aktywować je w suszarce w temperaturze 110°C przez 1 h, po czym wstawić je do eksykatora. Na warstwie żelaza wzdłuż płytki narysować 12 torów. W odległości 2,5 cm od dolnej krawędzi płytki na środek torów nanieść mikropipetami roztwór badany i roztwory wzorcowe. Na płytkę należy nanieść różne objętości badanego roztworu (np. 5, 10, 20 μ l) i takie same objętości roztworów wzorcowych. Powtórzyć jeszcze raz szeregi na płytce tak, aby na obu połowach płytki znajdowały się identycznie naniesione substancje. Przed wstawieniem płytki do komory chromatograficznej należy nasycić ją przez 30 min parami roztworu rozwijającego, nalewając go na dno komory i wykładając jej ścianki bibułą. Następnie wstawić rynienkę z roztworem rozwijającym, do niej płytkę i rozwijać chromatogram do wysokości 15 cm, po czym płytki wyjąć i wysuszyć je na powietrzu. Jedną połowę płytki (osłaniając starannie drugą połowę inną płytką) spryskać roztworem fuksyny. Po-

wstają plamy fioletowo-purpurowe wszystkich środków powierzchniowo czynnych, niezależnie od ich charakteru chemicznego. Następnie drugą połowę płytki (osłaniając starannie pierwszą połowę spryskaną już roztworem fuksyny) spryskać roztworem jodoplatynianu potasowego. Z odczynnikami tym nie reagują związki anionowe czynne, niejonowe, zaś dają podłużne plamy jasnobrązowe „spłowiałe“. W razie niemożności uzyskania czterochlorku platyny można spryskiwać płytkę zmodyfikowaną odczynnikami Dragendorffa, z którym związki anionowe czynne również nie reagują, pozostałe zaś dają plamy pomarańczowe na jaśniejszym tle. Na ogół w płynnych środkach myjących znajdują się mieszaniny anionowych i niejonowych związków powierzchniowo czynnych, wówczas na chromatogramie długa smuga związku niejonowego może obejmować plamę związku anionowego. Zmniejszenie nanoszonej objętości roztworu może dać rozdział plamek.

Z wielkości plamek można w przybliżeniu ocenić ilość wykrytego związku. Nanoszenie różnych objętości badanego roztworu i różnych objętości roztworu wzorca pozwala na półilościowe oznaczenie wykrywanej substancji powierzchniowo czynnej.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa.

2. Normy i dokumenty związane
BN-74/6153-03 Środki do zmywania i czyszczenia. Metody badań. Oznaczanie zdolności myjącej — test talerzowy.

Metody badania pozostałości substancji powierzchniowo czynnych na powierzchniach przedmiotów użytku kontaktujących się ze środkami spożywczymi. Wydawnictwa Metodyczne PZH, 1972, 2 (41).

3. Autorzy projektu normy — mgr Tadeusz Dziadecki, doc. dr inż. Alojzy Kłopotek, dr Lechosław Boliński, Czesław Szaniawski — Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa.