



## 5. BADANIA

**5.1. Wielkość partii** nie powinna przekraczać 2000 kg.

**5.2. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej.** Próbki do badań należy pobierać wg PN/C-04505. Z każdej partii należy pobrać w sposób losowy, w zależności od liczności partii, następującą liczbę próbek jednostkowych.

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wybrać do pobierania próbek
do 6	wszystkie
7 ÷ 15	6
16 ÷ 25	11
26 ÷ 63	16

Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 1 kg. Znakowanie i przechowywanie średniej próbki laboratoryjnej – wg PN/C-04507. Próbki do analizy rozjemczej należy przechowywać w ciągu 3 miesięcy, licząc od daty wysłania produktu z zakładu.

### 5.3. Opis badań

**5.3.1. Oznaczanie pH 1-procentowego roztworu wodnego** należy wykonać za pomocą uniwersalnych papierków wskaźnikowych.

### 5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji anionoczynnej w przeliczeniu na $\text{SO}_3$

#### 5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

- Bromek cetylopirydyniowy cz.d.a.
- Alkohol *n*-butylowy (I rz.) cz.
- Siarczan sodowy cz.d.a.
- Chloroform cz.d.a.
- Kwas siarkowy (1,84) cz.d.a. i roztwór 25-procentowy.
- Błękit metylenowy.
- Dwuchromian potasowy cz.d.a., roztwór 0,05n.
- Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,05n.
- Jodek potasowy cz.d.a., roztwór 5-procentowy.
- Skrobia, roztwór 1-procentowy.

**5.3.2.2. Przygotowanie roztworu bromku cetylopirydyniowego.** Odważkę 2 ÷ 2,2 g, odważoną z dokładnością do 0,0002 g, umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 1 l i rozpuścić w niewielkiej ilości wody destylowanej. Następnie dodać 25 ml alkoholu *n*-butylowego (I rz). Zawartość kolby mieszać aż do całkowitego rozpuszczenia się bromku, a następnie uzupełnić wodą destylowaną do objętości 1 l.

**5.3.2.3. Oznaczanie stężenia bromku cetylopirydyniowego.** Do kolby stożkowej o pojemności 200 ml odmierzyć pipetą 50 ml roztworu bromku cetylopirydyniowego przygotowanego wg 4.2.3.2 oraz 25 ml 0,05n roztworu dwuchromianu potasowego.

Wytrąca się osad. Kolbę podgrzać do temperatury 90°C aż do sklarowania się cieczy nad osadem. Osad koaguluje. Po ochłodzeniu roztworu do temperatury pokojowej osad odsączyć ilościowo i przemyć 3 razy po 10 ml wody destylowanej. Przesącz i wodę z przemycia osadu połączyć, po czym dodać 5 ml 5-procentowego jodku potasowego i 10 ml kwasu siarkowego 25-procentowego. Wydzielony jod odmiareczkować 0,05n roztworem tiosiarczanu sodowego w obecności skrobi.

W ten sam sposób zmiareczkować ślepa próbę (bez dodatku bromku cetylopirydyniowego).

Stężenie roztworu bromku cetylopirydyniowego wyrażone jego normalnością (*n*) należy obliczyć wg wzoru

$$n = \frac{(V_2 - V_1) \cdot n_{\text{S}_2\text{O}_3}}{3 \cdot V_3}$$

w którym:

- $V_1$  – objętość roztworu tiosiarczanu użytego do miareczkowania właściwej próby, ml,
- $V_2$  – objętość roztworu tiosiarczanu sodowego użytego do miareczkowania ślepej próby, ml,
- $V_3$  – objętość bromku cetylopirydyniowego użytego do oznaczania, ml,
- $n_{\text{S}_2\text{O}_3}$  – normalność tiosiarczanu sodowego użytego do miareczkowania.

Oznaczanie należy wykonać dwukrotnie; błąd względny nie powinien przekroczyć 1%.

**5.3.2.4. Przygotowanie roztworu błękitu metylenowego.** Odważkę 50 g bezwodnego siarczanu sodowego (lub odpowiednio większą ilość uwodnionego) należy rozpuścić w niewielkiej ilości wody destylowanej. Następnie dodać 30 ml 0,1-procentowego błękitu metylenowego, 7 ml kwasu siarkowego (1,84) i uzupełnić wodą destylowaną do objętości 1 l. Tak przygotowany roztwór jest trwały przez co najmniej 1 miesiąc.

**5.3.2.5. Przygotowanie roztworu Solwanu ASM.** Odważkę 1,5 – 2,5 g Solwanu ASM, odważoną z dokładnością do 0,0002 g, należy umieścić w kolbie pomiarowej o pojemności 250 ml i rozpuścić w niewielkiej ilości wody destylowanej. Całość rozcieńczyć wodą destylowaną do objętości 250 ml. Tak przygotowany roztwór jest około 0,005n.

**5.3.2.6. Wykonanie oznaczania.** Do cylindra o pojemności 100 ml z dobrze doszlifowanym korkiem odmierzyć pipetą 10 ml roztworu Solwanu ASM, dopełnić wodą destylowaną do 20 ml, dodać 25 ml roztworu błękitu metylenowego przygotowanego wg 5.3.2.4 i 20 ml chloroformu. Zawartość cylindra należy dokładnie wymieszać (wytrząsać ręcznie przez około 2 min). Następnie zawartość cylindra miareczkować około 0,005n roztworem bromku cetylopirydyniowego do momentu, aż zabarwienia warstw chloroformowej i wodnej będą jednakowe. Po każdorazowym dodaniu bromku cetylopirydyniowego zawartość cylindra należy dokładnie wytrząsać przez około 1 min.

Zawartość substancji anionoczynnej w przeliczeniu na  $\text{SO}_3$  (X) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{8 \cdot V_{BCP} \cdot n_{BCP} \cdot \frac{V_k}{V_p}}{m}$$

w którym:

$V_{BCP}$  – objętość bromku cetylopirydyniowego zużytego do oznaczania, ml,

$n_{BCP}$  – normalność bromku cetylopirydyniowego oznaczona wg 5.3.2.3,

$\frac{V_k}{V_p}$  – stosunek objętości kolby do objętości pipety,

$m$  – odważka Solwanu ASM, g,

8 – współczynnik przeliczeniowy.

**5.3.2.7. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej 2 oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 0,1%.

### 5.3.3. Oznaczanie zawartości terpinolenu

#### 5.3.3.1. Odczynniki

a) Chlorek wapniowy cz. d. a.

b) Kwas siarkowy cz. d. a.

**5.3.3.2. Wykonanie oznaczania.** Odważkę 30 – 40 g Solwanu ASM, odważoną z dokładnością do 0,1 ml, należy umieścić w kolbie kulistej o pojemności 1 l, rozpuścić w 50 ml wody destylowanej, zakwasić kwasem siarkowym do  $\text{pH} = 3$  i dodać niewielką ilość chlorku wapniowego (około 1 łyżeczkę). Kolbę połączyć z zestawem do destylacji z parą wodną i destylować aż do chwili, gdy objętość oddestylowanego rozpuszczalnika w ciągu 15 min nie zmienia się. Dobrze schłodzony destylat zebrać i mierzyć w nasadce lub biurecie kalibrowanej co 0,05 ml.

Zawartość terpinolenu ( $X_2$ ) należy obliczyć w procentach objętościowych wg wzoru

$$X_2 = \frac{V_1}{V_2} \cdot 100$$

w którym:

$V_1$  – objętość wydestylowanego terpinolenu, ml,

$V_2$  – objętość próbki Solwanu ASM, ml.

**5.3.3.3. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej 2 oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 1%.

KONIEC