

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-69
	Metody badania i oceny własności emulgujących emulgatorów	6060-03
		Grupa katalogowa X 99

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody badania i ocena własności emulgujących emulgatorów, a mianowicie:

- a) oznaczanie zdolności emulgującej emulgatora,
- b) oznaczanie trwałości emulsji.

1.2. Zakres stosowania metod. Podane w niniejszej normie metody badania należy stosować do oceny własności emulgujących emulgatorów przeznaczonych do sporządzania emulsji olejów i rozpuszczalników organicznych, zwanych dalej fazą olejową lub olejem w wodzie (typ O/W) oraz do oceny gotowych preparatów do natłuszczenia. Metod nie stosuje się dla emulsji typu woda w oleju (W/O) oraz dla fazy olejowej o gęstości równej lub wyższej od gęstości wody. Badanie i ocenę właściwości emulgujących wykonuje się z emulsjami o zawartości fazy olejowej (stężeniu) 20% w wodzie destylowanej lub w wodzie twardej. Rodzaj fazy olejowej, stężenie emulgatora i stopień twardości wody określają normy przedmiotowe dla emulgatorów.

1.3. Określenia

1.3.1. Zdolność emulgująca - zdolność przeprowadzenia oleju w stan emulsji w określonych warunkach.

1.3.2. Trwałość emulsji - zdolność do utrzymania równomierności rozproszenia fazy olejowej w fazie wodnej w określonym czasie.

1.3.3. Zdolność do tworzenia emulsji - zdolność preparatów i mieszanin przeznaczonych do sporządzania emulsji do przechodzenia w stan emulsji w określonych warunkach, bez zastosowania dodatkowego emulgatora.

2. METODY BADAŃ

2.1. Oznaczanie zdolności emulgującej

2.1.1. Zasada oznaczania polega na pomiarze zawartości oleju w górnej warstwie emulsji (1/5 całkowitej objętości) po czasie, w którym sporządzona w analogicznych warunkach emulsja bez udziału emulgatora ulega całkowitemu rozbiciu. Miara zdolności emulgującej jest obliczona na tej podstawie zawartość oleju w pozostałej dolnej warstwie emulsji wyrażona w procentach w stosunku do oleju pierwotnie wprowadzonego do niej.

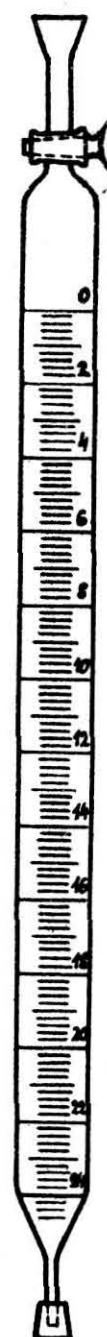
2.1.2. Przyrządy

- a) Zlewki pojemności 100 ml.
- b) Pipety kalibrowane z kranami, pojemności 25 ml (rysunek) lub zwykłe pipety kalibrowane zaopatrzone w wążek gumowy i metalowy zacisk.
- c) Gruszka gumowa.
- d) Sekundomierz.
- e) Statyw z łapami do biuret.
- f) Łaźnia wodna.
- g) Probówki pojemności 10 ml ze zwężoną szyjką kalibrowaną co 0,1 ml.
- h) Wirówka laboratoryjna probówkowa elektryczna lub ręczna o 1000 ÷ 3000 obr/min.

2.1.3. Odczynniki

- a) Azotan sodowy cz., roztwór: rozpuścić 40 g azotanu sodowego w 50 ml wody destylowanej i dodać 2 g kwasu azotowego stęż. cz.
- b) Kwas azotowy stężony cz.

2.1.4. Przygotowanie emulsji. W zlewce pojemności 100 ml przygotować 20 g, a w przypadku równoczesnego oznaczania trwałości emulsji - 40 g mie-



6060-03

Zjednoczenie Przemysłu Chemii Gospodarczej
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Chemii Gospodarczej dnia 29 marca 1969 r.
jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 października 1969 r.
(Mon. Pol. nr 20/1969 poz. 172)

szaniny oleju z odpowiednią zawartością emulgatora, określoną przez normę przedmiotową, np. 5; 10; 15 lub 20%. Do kalibrowanej pipety nabrać przy pomocy gumowej gruszki 5 ml oleju zawierającego emulgator, a następnie taką ilość wody, aby łączna objętość wynosiła 25 ml. Po pobraniu oleju i wody na dolny koniec pipety nałożyć korek i mieszać zawartość w następujący sposób: znajdującą się w położeniu pionowym pipetę odwrócić o 180° tak, aby kran znalazł się w dolnym położeniu, a po spłynięciu emulsji odwrócić pipetę ponownie do położenia wyjściowego. Wykonać 20 opisanych ruchów. W przypadku tworzenia się grudek fazy olejowej mieszać w opisany wyżej sposób aż do uzyskania jednolitej emulsji.

Po zakończeniu mieszania włączyć sekundomierz i umieścić pipetę w przygotowanym statywie w pozycji pionowej. Jeżeli bada się zdolność emulgującą emulgatorów nierozpuszczalnych w oleju a rozpuszczalnych w wodzie, to przygotowuje się odpowiedni roztwór emulgatora w wodzie i do pipety nabiera się najpierw 5 ml oleju, a następnie dopełnia wodnym roztworem emulgatora do 25 ml i dalej postępuje jak wyżej.

Zawartość emulgatora w roztworze wodnym (X) w gramach na 100 g roztworu powinna wynosić

$$X = \frac{a \cdot \rho}{5}$$

w którym:

- a - przewidywana zawartość emulgatora w gramach na 100 g oleju,
- ρ - gęstość oleju.

2.1.5. Wykonanie oznaczenia. Po upływie 5 min od chwili zakończenia mieszania pobrać próbkę w następujący sposób: po zajęciu korka z dolnego końca pipety otworzyć kran i spuścić do zlewki 20 ml emulsji, którą należy odrzucić. Górną warstwę emulsji o objętości 5 ml przenieść do kalibrowanej próbki pojemności 10 ml, dodać 5 ml zakwaszonego roztworu azotanu sodowego (wg 2.1.3), ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej przez 1/2 h i wirować przez 5 min na wirówce. Czynność ogrzewania i wirowania należy powtarzać, jeżeli po odwirowaniu nie wydzieliła się klarowna warstwa oleju. Po osygnięciu próbki do temperatury pokojowej odczytać objętość wydzielonego oleju w ml z dokładnością do 0,1 ml. W przypadku badania własności emulgujących w stosunku do lotnych rozpuszczalników próbki nie należy ogrzewać, a jedynie wirować po upływie 1 ÷ 2 h.

2.1.6. Obliczanie wyników. Zdolność emulgującą emulgatora (E) wyrażoną w procentach obliczyć wg wzoru

$$E = \frac{5 - V_0}{4} \cdot 100$$

w którym:

- V_0 - objętość wydzielonego oleju, ml.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej 2 oznaczeń różniących się od siebie wartością liczbową najwyższą 2,5.

2.2. Oznaczanie trwałości emulsji

2.2.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na pomiarze zawartości oleju w górnej warstwie emulsji o objętości równej 1/5 całkowitej objętości emulsji po 24 h od chwili przygotowania emulsji. Miarą trwałości emulsji jest obliczona na tej podstawie zawartość oleju w dolnej warstwie na tej podstawie zawartość oleju w dolnej warstwie (równej 4/5 całkowitej objętości emulsji) wyrażona w procentach w stosunku do oleju pierwotnie do niej wprowadzonego. Oznaczanie wykonuje się na próbkach przygotowanych jak w 2.1.4 lub na próbkach przygotowanych za pomocą mieszadła laboratoryjnego.

2.2.2. Oznaczanie trwałości emulsji przygotowanej przez wymieszanie ręczne

2.2.2.1. Przyrzędy - wg 2.1.2.

2.2.2.2. Odczynniki - wg 2.1.3.

2.2.2.3. Wykonanie oznaczania. Emulsję przygotować jak w 2.1.4 notując godzinę, o której zakończono mieszanie. Pipetę i emulsję pozostawić w statywie w temperaturze pokojowej na okres 24 h lub inny okres czasu przewidziany w normie przedmiotowej. Po 24 h (lub innym, określonym w normie przedmiotowej czasie) od chwili zakończenia mieszania pobrać próbkę i badać jak w 2.1.5.

2.2.2.4. Obliczanie wyników. Trwałość emulsji (E_t) wyrażoną w procentach obliczyć wg wzoru

$$E_t = \frac{5 - V_t}{4} \cdot 100$$

w którym V_t - objętość wydzielonego oleju, ml.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się od siebie wartością liczbową najwyższą 2,5.

2.2.3. Oznaczanie trwałości emulsji przygotowanej przy zastosowaniu mieszania mechanicznego. Rodzaj mieszadła mechanicznego i sposób przygotowania emulsji określają odpowiednie normy przedmiotowe.

Z przygotowanej emulsji z oleju zawierającego odpowiednią ilość emulgatora pobrać natychmiast po zakończeniu mieszania lub w końcowym momencie mieszania 25 ml emulsji do pipety opisanej w 2.1.2. Emulsję w pipecie pozostawić na 24 h, a następnie pobrać próbkę i oznaczyć ilość wydzielonego oleju jak w 2.1.5 oraz obliczyć trwałość emulsji wg 2.2.2.4.

2.2.4. Oznaczanie zdolności do tworzenia emulsji i trwałości emulsji gotowych preparatów, zawierających emulgator. W przypadku gdy preparat nie zawiera wody, zdolność do tworzenia emulsji bada się sposobem podanym w 2.1, a trwałość emulsji sposobem podanym w 2.2.2 lub 2.2.3.

Przy oznaczaniu trwałości preparatów stanowiących stężone emulsje z zawartością 30 ÷ 50% wody przed właściwym badaniem należy określić stężenie emulsji. W tym celu z gotowego preparatu pobrać próbkę o objętości 5 ml, przenieść do kalibrowanej probówki i doprowadzić do wydzielenia klarownej warstwy oleju sposobem opisanym w 2.1.5.

Z ilości wydzielonego oleju obliczyć w % obj. stężenie badanej emulsji (c) wg wzoru

$$c = \frac{V}{5} \cdot 100$$

w którym V - objętość wydzielonego oleju, ml.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników c najmniej 3 oznaczeń, których skrajne wartości

liczbowe różnią się najwyżej o 2. Znając stężenie badanej emulsji obliczyć objętość preparatu w ml potrzebną do sporządzenia 25 ml emulsji o stężeniu 20 % (a) wg wzoru

$$a = \frac{500}{c}$$

w którym c - obliczone uprzednio stężenie badanej emulsji, % obj.

Obliczoną ilość badanego preparatu pobrać do pipety i dopełnić wodą do 25 ml. Emulsję mieszać w sposób opisany w 2.1.4 i pozostawić na 24 h. Dalej postępować jak przy oznaczaniu trwałości emulsji wg 2.2.2. Oznaczanie trwałości emulsji przygotowanej przy użyciu mieszadła mechanicznego wykonać jak w 2.2.3.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

Uwagi do wydania II - bez zmian.