

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-65
	Półprodukty dla przemysłu kosmetycznego Sulfsipol	6026-25
		Zamiast RN-59/MPCh-1403
		Grupa katalogowa X 21

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest półprodukt dla przemysłu kosmetycznego o nazwie Sulfsipol.

1.2. Określenia. Sulfsipol jest to mieszanina soli trójetanoloaminowej i amonowej estrów kwasu siarkowego z alkoholem laurylowym.

1.3. Zastosowanie. Sulfsipol stosowany jest jako produkt wyjściowy do produkcji środków do mycia włosów.

1.4. Oznaczenie

SULFSIPOL BN-65/6026-25

1.5. Normy związane

PN/C-04505 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne dla produktów ciekłych

PN/C-04507 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne ogólne

PN/C-60008 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów ciekłych

PN/N-03010 Statystyczna kontrola jakości. Losowy wybór sztuk do próbek

2. WYMAGANIA TECHNICZNE

2.1. Wymagania ogólne. Sulfsipol powinien być lepłą cieczą z dopuszczalnym rozwarstwieniem się, barwy od jasnożółtej do ciemnopomarańczowej, zapachu charakterystycznym dla alkoholu laurylowego, pozbawioną zanieczyszczeń mechanicznych.

2.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	
b) pH 1-procentowego roztworu wodnego, w granicach	6,0 ± 7,5
c) Alkoholu laurylowego, %, co najmniej	18
d) Kwasu siarkowego ogólnie związanego w przeliczeniu na SO ₃ , %, najwyżej	11
e) Organicznie związanego kwasu siarkowego w przeliczeniu na SO ₃ , %, co najmniej	4
f) Nieorganicznie związanego kwasu siarkowego w przeliczeniu na SO ₃ , %, najwyżej	7

3. OPAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

3.1. Opakowanie. Sulfsipol należy pakować do beczek blaszanych o pojemności około 200 l. Na pokrywie beczki należy umieścić trwały napis zawierający co najmniej:

a) nazwę lub znak wytwórni,

Zjednoczenie Przemysłu Chemii Gospodarczej

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Chemii Gospodarczej dnia 31 grudnia 1965 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 października 1966 r.

(Mon. Pol. nr 11/1966 poz. 78)

- b) oznaczenie wg 1.4,
- c) wagę netto i brutto,
- d) numer partii.

3.2. Przechowywanie. Sulfsipol opakowany wg 3.1 należy przechowywać w pomieszczeniach magazynowych o temperaturze $15 \pm 25^{\circ}\text{C}$.

W przypadku przechowywania w temperaturach niższych następuje zgęstnienie aż do całkowitego zestalenia, co nie wpływa jednak na zmianę jego własności użytkowych.

3.3. Transport. Sulfsipol opakowany wg 3.1 może być transportowany wszystkimi dostępnymi środkami lokomocji przy zachowaniu warunków określonych w 3.2.

4. BADANIA TECHNICZNE

4.1. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne podane w PN/C-04505. Z każdej partii produktu podlegającej odbiorowi należy wybrać w sposób losowy w zależności od liczności partii zgodnie z PN/N-03010 następującą liczbę opakowań jednostkowych w celu pobrania próbek.

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wybrać do pobrania próbek
do 3	wszystkie
4 lub 5	4
6 ÷ 15	6
16 ÷ 25	11
26 ÷ 63	16
64 ÷ 160	20

Próbki należy pobrać zgłębnikiem wg PN/C-60008, przy czym próbka ogólna nie może być mniejsza niż 2000 g.

Średnią próbkę laboratoryjną należy przygotować zgodnie z PN/C-04505 i PN/C-04507 z tym, że próbka nie może być mniejsza niż 250 g.

Próbki do analizy rozjemczej należy przechowywać przez okres 3 miesięcy od daty wysłania z zakładu produkcyjnego.

4.2. Opis badań

4.2.1. Określenie wyglądu należy wykonać organoleptycznie.

4.2.2. Oznaczanie pH 1-procentowego roztworu wodnego Sulfsipolu należy wykonać za pomocą pehametru lub za pomocą uniwersalnych papierków wskaźnikowych dających wskazania z dokładnością do 0,5 podziałki.

4.2.3. Oznaczanie zawartości alkoholu laurylowego

4.2.3.1. Odczynniki i roztwory

- a) Eter etylowy cz.d.a.
- b) Siarczan sodowy bezwodny cz.d.a.
- c) Kwas solny cz.d.a., (1,18).

4.2.3.2. Wykonanie oznaczania. W kolbie stożkowej o pojemności 200 ml zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną należy umieścić 4 ± 8 g Sulfsipolu odważonego z dokładnością do 0,001 g, niewielką ilość wody i 40 ml kwasu solnego 1,18, po czym rozpocząć ogrzewanie.

Hydrolizę należy uważać za zakończoną, gdy warstwa alkoholu wydzieli się, a warstwa wodna będzie klarowna. Po ostygnięciu przepłukać chłodnicę kilkakrotnie eterem

etylowym, po czym odłączyć kolbę z hydrolizatem. Zawartość kolby przenieść do rozdzielacza, a pozostałość ze ścianek spłukać dokładnie eterem. Do rozdzielacza dodać jeszcze 40 ml eteru, a po wyekstrahowaniu przenieść warstwę eterową do suchej kolby o pojemności 200 ml, ekstrakcję warstwy wodnej powtórzyć jeszcze dwukrotnie po 25 ml eteru etylowego. Połączone ekstrakty eterowe suszyć 3 ÷ 4 g bezwodnego siarczanu sodowego w ciągu 1,5 godz. Osuszony ekstrakt przenieść ilościowo do wysuszonej i zważonej kolby stożkowej o pojemności 100 ml. Eter oddestylować, a pozostałość suszyć w temperaturze około 70°C do stałej masy, tzn. do momentu gdy różnica między kolejnymi ważeniami nie będzie większa niż 0,0003 g.

Zawartość alkoholu laurylowego (X_1) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1}{g} \cdot 100$$

w którym:

- m_1 - masa suchej pozostałości, g,
 g - odważka Sulfsipolu, g.

4.2.3.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,8%.

4.2.4. Oznaczanie ogólnie związanego kwasu siarkowego

4.2.4.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a., 20-procentowy roztwór wodny.
- Kwas solny cz.d.a., (1,18).
- Chlorek barowy cz.d.a., 10-procentowy roztwór wodny.
- Amoniak cz.d.a., 20-procentowy roztwór wodny.
- Oranż metylowy.

4.2.4.2. Wykonanie oznaczania. Odważkę 2 ÷ 4 g Sulfsipolu odważoną z dokładnością do 0,001 g hydrolizować 40 ml kwasu solnego (1,18) aż do chwili uzyskania klarownej warstwy wodnej. Po ochłodzeniu przesączyć hydrolizat przez zwykły sącdek do zlewki. Przesącz zadać kilkoma kroplami oranżu metylowego i zobojętnić amoniakiem do zmiany zabarwienia. Następnie dodać wody destylowanej do objętości około 300 ml i zadać 1 ml 20-procentowego roztworu kwasu solnego. Zlewkę z zawartością ogrzewać do wrzenia i wkraplać około 15 ml 10-procentowego gorącego roztworu chlorku barowego. Całość ogrzewać jeszcze na małym płomieniu przez 15 min. Po opadnięciu osadu na dno sprawdzić całkowite strącenie przez dodanie kropel chlorku barowego. Jeżeli wytrąca się jeszcze osad, dodać 10 ml odczynnika, po czym odstawić całość na 1 ÷ 2 godz. Następnie odsączyć osad na twardym sączku, przepłukać wodą z dodatkiem chlorku barowego, a w końcu samą wodą destylowaną. Sącdek z osadem spalić na mokro w zważonym tyglu i prażyć w ciągu 1 godz w temperaturze 900°C do stałej masy, tzn. do momentu gdy różnica między dwoma kolejnymi ważeniami nie będzie większa niż 0,0002 g.

Zawartość ogólnie związanego kwasu siarkowego w przeliczeniu na SO_3 (X_2) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 0,343 \cdot 100}{g}$$

w którym:

- m_1 - masa suchej pozostałości, g,
 g - odważka Sulfsipolu, g,
 0,343 - mnożnik przeliczeniowy siarczanu barowego na SO_3 .

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

4.2.5. Oznaczanie zawartości nieorganicznie związanego kwasu siarkowego w przeliczeniu na SO_3

4.2.5.1. Odczynniki i roztwory

- a) Alkohol butylowy cz.d.a.
- b) Eter etylowy cz.d.a.
- c) Chlorek sodowy cz.d.a., roztwór nasycony.
- d) Chlorek barowy cz.d.a., 10-procentowy roztwór wodny.
- e) Kwas solny cz.d.a., roztwór 20-procentowy.

4.2.5.2. Wykonanie oznaczania. W rozdzielaczu należy umieścić odważkę $3 \div 5$ g Sulfsipolu odważoną z dokładnością do 0,001 g, z niewielką ilością wody destylowanej, 15 ml alkoholu butylowego, 10 ml eteru etylowego i 15 ml nasyconego roztworu soli kuchennej. Całość wytrząsać i pozostawić do odstania. Po rozwarstwieniu spuścić warstwę dolną do zlewki. Ekstrakcję powtórzyć jeszcze dwukrotnie z $10 + 15$ ml nasyconego roztworu chlorku sodowego. Połączone wodne roztwory rozcieńczyć wodą do objętości 300 ml i zadać 1 ml 20-procentowego kwasu solnego.

Dalej postępować jak w 4.2.4.2.

Zawartość kwasu siarkowego nieorganicznie związanego w przeliczeniu na $\text{SO}_3(X_3)$ należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 0,343 \cdot 100}{g}$$

w którym:

- m_1 - masa suchej pozostałości, g,
- g - odważka Sulfsipolu, g,
- 0,343 - mnożnik przeliczeniowy siarczanu barowego na SO_3 .

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

4.2.6. Oznaczanie zawartości organicznie związanego kwasu siarkowego w przeliczeniu na SO_3 . Zawartość kwasu siarkowego (X_4) w przeliczeniu na SO_3 organicznie związanego należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = X_2 - X_3$$

w którym:

- X_2 - zawartość kwasu siarkowego ogólnie związanego w przeliczeniu na SO_3 ,
- X_3 - zawartość kwasu siarkowego nieorganicznie związanego w przeliczeniu na SO_3 .

K O N I E C