

Mydło maziste

~~PN
C-303~~

I. Określenie.

Mydło maziste jest to mydło klejowe, zawierające nie mniej niż 40 % kwasów tłuszczowych związanych przeważnie z potasem, a nie zawierające żadnych środków obciążających.

II. Wymagania ogólne.

1. **Barwa:** żółta do brunatnej lub brunatnawo-zielonej. Mydło nie powinno być mętne.
2. **Zapach:** swoisty, nie wstrętny.
3. **Konsystencja** w temperaturze 30 ° gęstomazista i nieciągliwa.
Mydło pozostawione w temp. od 0 ° do 30 ° powinno pozostawać jednolite.
4. **Pienienie się:** mydło powinno łatwo tworzyć obfitą pianę przy ręcznym rozcieńczeniu z wodą o twardości 12 ÷ 15 ° niemieckich i o temperaturze 20 °.
5. **Rozpuszczalność:** mydło powinno rozpuszczać się całkowicie, tj. bez widocznego osadu, w 4 cz. wody destylowanej o temperaturze $\approx 20^\circ$. Przy rozpuszczaniu na gorąco w 95%-owym spirytusie może pozostać nieduże zmętnienie wskutek obecności dopuszczalnej ilości węglanu potasowego.

III. Wymagania szczegółowe.

1. **Zawartość kwasów tłuszczowych:** nie mniej niż 40 %.
2. **Kwasów żywiczych** mydło nie może zawierać zupełnie.
3. **Tłuszczu nie zmydlonego oraz substancji nie ulegających zmydleniu:** nie więcej niż 1 %.
4. **Wodorotlenku potasowego (KOH):** nie więcej niż 0,3 %.
5. **Węglanu potasowego (K_2CO_3):** nie więcej niż 3,5 %.
6. **Składników nierozpuszczalnych w wodzie:** nie więcej niż 0,4 %.
7. **Środków obciążających** jak: piasek, glina, kreda, siarczan barowy, żelatyna, krochmal, szkło wodne i inne, nie może zawierać zupełnie.

IV. Pobieranie próbek.

Próbki należy pobierać, zależnie od umowy, w miejscu naładowania lub dostawy z 10 % ogólnej liczby naczyń, nie mniej jednak niż z 4-ch naczyń. Jeżeli transport składa się z 4-ch lub mniej niż 4-ch naczyń, próbki pobiera się z każdego naczynia. Do pobierania próbek służy metalowy świder, dokładnie oczyszczony i suchy, który wprowadza się ruchem obrotowym na $\frac{1}{3}$, $\frac{1}{2}$ i całą głębokość naczynia, przy czym każdorazowo zdejmuje się próbkę mydła za pomocą łopatki. Ogólny ciężar pobranych próbek powinien być nie mniejszy niż 3 kilogramy. Pobraną próbkę starannie zmieszać i umieścić w 3-ch czystych i suchych słoikach szklanych z szerokimi szyjami i szczelnie dopasowanymi korkami, tak, ażeby słoik zawierał około 500 g mydła. Słoiki z próbkami po zakorkowaniu i opakowaniu w papier, a następnie zapieczętowaniu lub opłombowaniu, zaopatrzyć w adnotacje wskazujące: nr i wielkość dostawy, nazwę mydła, nazwę wytwórni względnie dostawcy, datę i miejsce pobrania próbki oraz podpisy przedstawicieli dostawcy i odbiorcy. Jedną z próbek otrzymuje dostawca, drugą odbiorca, a trzecią przechowuje się na wypadek niezadawalającego wyniku badań i wyniku tego na tym tle sporu między stronami. Próbkę tę, zależnie od umowy, przechowuje dostawca lub odbiorca. Ostateczne wyniki badań trzeciej próbki, dokonane przez laboratorium wybrane za zgodą obu stron, są decydujące. Próbkę przeznaczoną do analizy rozjemczej przechowuje się do końca zrealizowania umowy na daną dostawę. Przeznaczone do badań laboratoryjnych próbki mydła przed przystąpieniem do analizy należy dokładnie wymieszać.

W razie wybitnej różnorodności dostarczonego towaru, dostawca powinien rozdzielić go na jednolite partie, z których pobiera się i bada próbki oddzielnie.

V. Metody badań.

1. Oznaczanie zawartości kwasów tłuszczowych.

Odważyć w naczynku wagowym $5 \div 8$ g mydła mazistego i rozpuścić w 100 cm^3 gorącej wody o temp. $60 \div 80^\circ$. Roztwór mydła przenieść ilościowo do rozdzielacza o pojemności $\approx 300 \text{ cm}^3$ z krótką rurką u wylotu i zakwasić niewielkim nadmiarem 25% kwasu solnego w obecności oranżu metylowego. Zakwaszony w ten sposób roztwór pozostawia się w rozdzielaczu do ostygnięcia do temperatury $15 \div 20^\circ$, a następnie dodaje się 100 cm^3 eteru etylowego i ekstrahuje wydzielone z mydła kwasy tłuszczowe. Mieszaninę w rozdzielaczu pozostawia się do całkowitego oddzielenia się warstw, po czym warstwę wodną zabarwioną na kolor czerwony, wstrząsa jeszcze raz w drugim rozdzielaczu z 50 cm^3 eteru etylowego. Połączone wyciągi eterowe przemywa się przez skłócanie z 10% roztworem soli kuchennej, biorąc każdorazowo po 25 cm^3 aż do zaniku kwaśnego odczynu na oranż metylowy. Po dokładnym oddzieleniu warstwy wodnej, dodaje się do roztworu eterowego w rozdzielaczu 8 g siarczanu sodowego bezwodnego wsypując go za pomocą suchego lejka. Rozdzielacz potrząsa się ruchem obrotowym w ciągu 2-ch minut. Gdyby siarczan sodowy się zlepił, należy dodać jeszcze pewną jego ilość.

Następnie pozostawia się roztwór eterowy na przeciąg 15 minut i przesącza do starowanej kolbki o pojemności 250 cm^3 przez sączek szybko sączący o średnicy 110 mm, do którego wyspuje się 6 g bezwodnego siarczanu sodowego. Rozdzielacz i sączek z pozostałym siarczanem sodowym przemyć starannie odwodnionym eterem. Eter z przemywania łączy się z roztworem eterowym głównym w tej samej odważonej kolbce.

Wreszcie odpędza się eter, pogrążając kolbę do łaźni wodnej. Na początku ogrzewania łaźni woda posiada temperaturę pokojową. Po odparowaniu eteru i ostudzeniu kolbki do temperatury pokojowej, przedmucha się zawartość kolbki kilkakrotnie za pomocą ręcznej dmuchawki (nie dotykając końcem rurki powierzchni kwasów). Kwasy tłuszczowe suszy się w temperaturze $85 \div 95^\circ$ w ciągu 1 godziny.

U w a g a: Odpędzanie eteru i suszenie kwasów tłuszczowych należy wykonać tego samego dnia.

2. Wykrywanie kwasów żywicznych.

≈ 1 g wydzielonych z mydła kwasów tłuszczowych rozpuścić (ogrzewając w razie potrzeby) w $2 \div 3 \text{ cm}^3$ bezwodnika kwasu octowego i po ochłodzeniu roztworu dodać, po ścięciu próbki, kroplę kwasu siarkowego o c. wł. 1,53 (35,7 cz. obj. wody destylowanej i 34,7 cz. obj. stężonego H_2SO_4).

W razie obecności kwasów żywicznych, roztwór zabarwia się przejściowo na fioletowo.

3. Oznaczanie zawartości tłuszczu niezmydlonego i substancji nie ulegających zmydleniu.

20 g mydła rozpuścić w mieszaninie 80 cm^3 spirytusu i 70 cm^3 wody destylowanej zawierającej 1 g NaHCO_3 , przez ogrzewanie w łaźni do temperatury nie wyższej niż 70° . Roztwór przelać do rozdzielacza, ochłodzić do $15 \div 20^\circ$ i skłócić 3 razy, każdorazowo z 10 cm^3 eteru naftowego (destylującego do 60°). Gdyby podczas skłócania powstała emulsja, usunąć ją dodając $3 \div 5 \text{ cm}^3$ spirytusu. Połączone wyciągi eterowe przemyć kilkakrotnie każdorazowo 30 cm^3 50% spirytusu aż do zaniknięcia alkalicznego odczynu.

Do roztworu eterowego dodać w celu wysuszenia ≈ 10 g bezwodnego siarczanu sodowego, następnie skłócić kilka razy, pozostawić na pół godziny, przesączyć do odważonej kolby, Na_2SO_4 i sączek przemyć eterem naftowym. Eter odpędzić i pozostałość wysuszyć w temperaturze $85 \div 95^\circ$ do stałego ciężaru. Jeżeli różnica pomiędzy dwoma kolejnymi ważeniami nie przekracza 0,1%, ciężar można uważać za stały.

Otrzymana ilość gramów pomnożona przez 5, daje procentową zawartość wymienionych substancji w mydle.

4. Oznaczanie zawartości wodorotlenku potasowego.

Odważone w stożkowej kolbce $3 \div 5$ g mydła mazistego rozpuścić w 75 cm^3 zobojętnionego wobec fenoloftaleiny odwodnionego spirytusu, ogrzewając na łaźni wodnej z zastosowaniem zwrotnej chłodnicy. Roztwór ostudzić, dodać małymi porcjami mieszając $4 \div 6$ g sproszkowanego, chem. czystego bezwodnego siarczanu sodowego, kolbę zakorkować i po-

zostawić na przeciąg $\frac{1}{2}$ godziny. Następnie miareczkować 0,1 n- kwasem solnym aż do odbarwienia. (Roztwór ten przyrządzić można rozpuszczając $8,5 \text{ cm}^3$ kwasu solnego o c. wł. 1,19 w 1 l spirytusu 95%, po czym nastawia się miano za pomocą 0,1 n- NaOH wobec fenoloftaleiny).

U w a g a: Jeżeli roztwór mydła po zmiareczkowaniu ponownie się zabarwia, to wówczas należy postępować w ten sposób, że spirytusowy roztwór mydła po pół godzinie odwadniania zlać z ponad siarczanu sodowego, który przemyć należy dokładnie zobojętnionym spirytusem i teraz dopiero połączone spirytusowe roztwory miareczkować jak wyżej.

Obliczanie zawartości wodorotlenku potasowego (y):

$$y = \frac{0,5611 \times b}{a},$$

gdzie a – ciężar próbki mydła w gramach, b – liczba cm^3 0,1 n- HCl użytego do miareczkowania.

5. Oznaczanie zawartości węglanu potasowego w nieobecności szkła wodnego i boranów.

Roztwór pozostały po oznaczeniu wodorotlenku potasowego (V p. 4), zadać 75 cm^3 wody destylowanej, skłócić i miareczkować wodnym 0,1 n- HCl do odbarwienia fenoloftaleiny.

Obliczanie zawartości węglanu potasowego (y):

$$y = \frac{1,38 \cdot b}{a}$$

gdzie a – ciężar próbki w gramach, b – liczba cm^3 0,1 n- HCl.

U w a g a: W razie postępowania wg „uwagi” do p. V/4 należy oznaczenie K_2CO_3 wykonać w oddzielnej próbce. Rozpuszcza się wtedy $3 \div 5 \text{ g}$ mydła w 75 cm^3 50% zobojętnionego wobec fenoloftaleiny spirytusu; po rozpuszczeniu mianuje się 0,1 n- HCl. Od otrzymanej liczby cm^3 0,1 n- HCl należy odjąć obliczoną ilość użytą na zobojętnienie KOH.

6. Oznaczanie zawartości składników nierozpuszczalnych w wodzie.

10 g mydła mazistego rozpuścić na gorąco w 100 cm^3 wody destylowanej, następnie sączyć przez uprzednio wysuszony do stałego ciężaru i zważony w naczynku wagowym ścisły sączek. Pozostałość na sączku przemyć dokładnie gorącą wodą destylowaną, następnie sączek wraz z pozostałością suszyć w suszarce w temperaturze $103 \div 105^\circ$ do stałego ciężaru. Z ciężaru pozostałości na sączku obliczyć w badanym mydle procentową zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie.

7. Wykrywanie środków obciążających.

Badanie na obecność środków obciążających należy wykonać tylko wtedy, gdy zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie dość znacznie przekracza normę, lub też gdy podczas rozpuszczania mydła w spirytusie (II p. 5) pozostaje znaczne zmętnienie. W powyższym celu $10 \div 20 \text{ g}$ mydła rozpuścić w 95% spirytusie, pozostałość nie rozpuszczoną przesączyć, sączek przemyć dokładnie gorącym spirytusem, po czym ługować wodą gorącą (w razie obecności skrobi – zimną).

a) Wykrywanie szkła wodnego: Część tego roztworu zakwasić HCl, odparować na łaźni wodnej do suchości, dodać stężonego HCl i po kilku minutach rozcieńczyć wodą. Jeżeli powstanie przy tym drobny, nierozpuszczalny osad SiO_2 , to obecność szkła wodnego jest stwierdzona.

b) Wykrywanie boranów: Część roztworu odparować do sucha na łaźni wodnej, zwilżyć kroplą stężonego H_2SO_4 i po dodaniu niedużej ilości alkoholu metylowego zapalić. W razie obecności boranów płomień alkoholowy barwi się na zielono.

c) Wykrywanie innych środków obciążających: W razie niewykrycia szkła wodnego i boranów należy badać pozostałą część roztworu, a także osad nierozpuszczalny w wodzie, jakościowo za pomocą ogólnie stosowanych metod analitycznych.

VI. Opakowanie.

1) Beczki drewniane, mocno obciążone żelaznymi obręczami, o pojemności ≈ 100 i 200 kg .

2) Faski drewniane mocne, obciążone co najmniej dwiema żelaznymi obręczami, o pojemności 25 i 50 kg mydła netto. Powierzchnia mydła w fasce powinna być nakryta papierem.

Na beczkach i na faskach powinny być oznaczone: nazwa wytwórni, znak fabryczny lub nazwa mydła, ciężar brutto i netto, numer dostawy, ewentualnie kolejny numer beczek lub fasek oraz data wyprodukowania lub załadowania mydła do naczynia.

256A. III



Nr. Inw. 1421

Publikacja ze zbiorów Biblioteki Głównej AGH w Krakowie



Biblioteka Główna
AGH w Krakowie



Polskie Normy wydane w latach 1924-1945. Digitalizacja i rozpowszechnienie

projekt dofinansowany ze środków budżetu państwa, przyznanych przez Ministra Nauki w ramach Programu Społeczna Odpowiedzialność Nauki II - moduł: Wsparcie dla bibliotek naukowych

01.12.2024-30.11.2025

BIBL/SP/0002/2024/02



Ministerstwo Nauki
i Szkolnictwa Wyższego
