

ĆW. 1 Synteza siarczanów alkilowych (siarczanowanie alkoholi tłuszczowych)

1. Aparatura i szkło

- 2 wysokie zlewki
- mieszadło mechaniczne
- termometr
- krystalizator
- wkraplacz

2. Surowce

- alkohol tłuszczowy (alkohol oleilowy)
- lód
- kwas siarkowy stęż. 96%
- 20-25% roztwór NaOH

3. Wykonanie ćwiczenia:

Uwaga:

W czasie siarczanowania, neutralizacji i wszelkich operacji z kwasem siarkowym oraz z roztworem NaOH należy chronić oczy zakładając okulary i stosować rękawiczki!

Naważyć w zlewce około 20 g alkoholu tłuszczowego (jeśli alkohol jest w postaci stałej należy go ogrzać na łaźni wodnej do temperatury topnienia). Zlewkę przenieść do krystalizatora, umocować w łapie, zainstalować mieszadło (stosować niskie obroty, ok. 200-300 obr/min) i wkraplacz. Do wkraplacza wlać obliczoną ilość (nadmiar 1,2:1) stężonego kwasu siarkowego i powoli rozpocząć dodawanie do alkoholu tłuszczowego. Temperatura mieszaniny nie może przekroczyć temp. 30-35°C. W razie potrzeby zastosować chłodzenie w mieszaninie wody i lodu w krystalizatorze (**Ważne!! Nie stosować chłodzenia jeśli temperatura utrzymuje się na zadanym poziomie oraz nie obniżać temperatury znacząco poniżej 30 °C**). Reakcję należy uznać za zakończoną, gdy masa reakcyjna jest całkowicie rozpuszczalna w ciepłej wodzie. Wówczas należy natychmiast przeprowadzić proces neutralizacji dodając małymi porcjami masę reakcyjną do drugiej zlewki zawierającej obliczoną ilość 25% roztworu NaOH schłodzonego do temperatury 10-15°C, tak regulując szybkość dodawania, aby przez cały czas temperatura utrzymywała się w granicach 25-30°C. Całkowite zobojętnianie należy zakończyć przy pH 8-8,5, stosując do kontroli papierki wskaźnikowe oraz w razie potrzeby dodatkowe porcje NaOH. Następnie należy oznaczyć zawartość otrzymanego surfaktantu w masie reakcyjnej.

OZNACZANIE ZAWARTOŚCI SUBSTANCJI POWIERZCHNIOWO CZYNNEJ METODĄ MIARECZKOWANIA DWUFAZOWEGO

(wg normy PN-ISO 2271 „Detergenty. Oznaczanie zawartości substancji anionowo czynnych metodą bezpośredniego dwufazowego miareczkowania ręcznego lub mechanicznego.”)

Wykonanie oznaczenia

5 g badanej próbki umieścić w zlewce 150ml i rozpuścić w niewielkiej ilości wody (ok. 100ml). Dodać kilka kropli fenoloftaleiny i zobojętnić (w razie potrzeby) do jasnoróżowego zabarwienia z użyciem roztworu wodorotlenku sodu lub roztworu kwasu siarkowego. Przenieść próbkę ilościowo (przemycając zlewkę wodą) do kolby miarowej (1 dm³) i uzupełnić wodą do kreski (uwaga: na pienienie się roztworu). Dokładnie wymieszać. Pobrać 25 cm³ tak przygotowanego roztworu do kolby stożkowej 250 ml, dodać 10 cm³ wody, 15 cm³ chloroformu i 10 cm³ kwaśnego wskaźnika mieszanego. Miareczkować roztworem Hyamine porcjami po 0,5 cm³ **WAŻNE: po dodaniu każdej porcji titranta (Hyamine) zamknąć kolbę i mocno wstrząsnąć 3-4 razy (nie mieszamy jak przy zwykłym miareczkowaniu!!)** dopóki układ nie będzie się rozdzielał na warstwę wodną i chloroformową.– dolna faza będzie zabarwiona na różowo. Prowadzić miareczkowanie dalej, powtarzając mocne wstrząsanie po każdej porcji dodanego titranta. Gdy miareczkowanie będzie się zbliżać do punktu końcowego a emulsja powstała w trakcie wstrząsania będzie się łatwo i szybko rozdzielać należy zmniejszyć ilość dodawanego titranta do 2-3 kropel (za każdym razem kontynuować wstrząsanie). Punkt końcowy miareczkowania osiągnąć jest w momencie, kiedy różowe zabarwienie warstwy chloroformowej zniknie i zmieni się na kolor jasno szaroniebieski lub szarozielony.

Obliczanie wyników:

Zawartość substancji powierzchniowo czynnej (x) oblicza się korzystając z zależności:

$$x = \frac{4 * V_3 * C_1 * M_r}{m_0}$$

gdzie:

V₃– objętość titranta (Hyamine) zużytego do miareczkowania [cm³]

C₁– stężenie Hyamine [mol/dm³]

M_r– masa cząsteczkowa substancji anionowo czynnej (sól sodowa siarczanowanego alkoholu) [g/mol]

m₀- masa badanej próbki [g].

Sprawozdanie powinno zawierać:

- krótki wstęp teoretyczny, przebieg ćwiczenia, otrzymany wynik wydajności przeprowadzonej reakcji oraz wnioski (dlaczego wydajność jest na danym poziomie) i literaturę.