

|                                                  |                                                                                                     |                                  |
|--------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------|
| <b>WYROBY<br/>KOSMETYCZNE<br/>I PERFUMERYJNE</b> | <b>N O R M A   B R A N Ż O W A</b>                                                                  | <b>BN-86</b>                     |
|                                                  | <b>Emulsje kosmetyczne</b><br><b>Metody badań</b>                                                   | <b>6140-01/11</b>                |
|                                                  | <b>Oznaczanie liczby zmydlenia</b><br><b>wydzielonych substancji</b><br><b>woskowo-tłuszczowych</b> | Zamiast<br>BN-64/6140-02 p. 2.13 |
|                                                  |                                                                                                     | Grupa katalogowa 1419            |

**1. Przedmiot normy.** Przedmiotem arkusza normy jest metoda oznaczania liczby zmydlenia z wydzielonych substancji woskowo-tłuszczowych emulsji kosmetycznych wszystkich typów.

**2. Zasada metody.** Oznaczanie liczby zmydlenia polega na zmydleniu na gorąco wydzielonych z emulsji kosmetycznej substancji woskowo-tłuszczowych alkoholowym roztworem wodorotlenku potasowego i odmiareczkowaniu kwasem solnym nadmiaru ługu niezużytego w reakcji.

**3. Odczynniki i roztwory**

- a) Alkohol etylowy 96%(V/V).
- b) Toluen cz.d.a.
- c) Fenoloftaleina wg PN-81/C-06501, p. 2.2.
- d) Mieszanina alkohol-toluen (1+3).
- e) Kwas solny cz.d.a. roztwór o stężeniu  $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$  wg PN-81/C-04530/01.
- f) Wodorotlenek potasowy cz.d.a. roztwór alkoholowy o stężeniu  $c(\text{KOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$  przygotowany zgodnie z PN-81/C-04280, p. 2.2.2e).

**4. Przyrządy**

- a) Biureta pojemności 50 ml.
- b) Chłodnica zwrotna ze szlifem.
- c) Cylinder pomiarowy pojemności 50 ml.
- d) Kolba stożkowa pojemności 250 ÷ 300 ml z doszlifowanym korkiem.
- e) Laboratoryjny płaszcz grzejny.

**5. Przygotowanie próbki do badań.** Po wykonaniu oznaczania zawartości wody wg BN-77/6140-01/09 pozostałość z kolby przenieść ilościowo sącząc przez miękką sączkę z bibuły do kolby z dnem okrągłym i oddestylować toluen stosując laboratoryjny płaszcz grzejny. Następnie uzyskaną substancję woskowo-tłuszczową suszyć w suszarce w temperaturze 75°C w ciągu 2 h.

**6. Wykonanie oznaczania.** Z przygotowanej wg p. 5 próby odważyć z dokładnością do 0,001 g do kolby stożkowej, zależnie od przewidywanej liczby zmydlenia, odważkę zgodnie z tabl. 1.

Tablica 1

| Liczba zmydlenia, mg KOH/g | Odważka, g |
|----------------------------|------------|
| do 20,0                    | 6          |
| 20,0 ÷ 80,0                | 4          |
| powyżej 80,0               | 2          |

Do kolby odmierzyć za pomocą cylindra pomiarowego 25 ml mieszaniny alkohol-toluen i dodać pipetą 25 ml alkoholowego roztworu wodorotlenku potasowego. Nałożyć chłodnicę zwrotną na kolbę i ogrzewać na łaźni wodnej. Utrzymywać w stanie wrzenia w ciągu 2 h.

W przypadku badania emulsji kosmetycznych o dużej zawartości substancji niezmydlających się, roztwór nie będzie klarowny.

Po zakończeniu zmydlenia zdjąć kolbę z łaźni, spłukać chłodnicę 5 ml roztworu alkohol-toluen i pozostawić do odcieknięcia. Do kolby dodać 2 ÷ 3 kropli roztworu fenoloftaleiny i gorący roztwór miareczkować przy ciągłym mieszaniu roztworem kwasu solnego do zaniku zabarwienia. Równolegle wykonać dwie ślepe próby stosując te same ilości użytych odczynników i roztworów. Dopuszczalna różnica między dwoma równoległymi oznaczeniami wynosić może nie więcej niż 0,1 ml kwasu solnego. Należy zwrócić uwagę na jednakowy sposób odmierzania alkoholowego roztworu wodorotlenku potasowego w próbie właściwej i ślepych.

Przy właściwie dobranej odważce objętość zużytego kwasu solnego do zmiareczkowania próby właściwej powinna stanowić 40 ÷ 80% objętości kwasu użytego do miareczkowania ślepej próby.

**7. Obliczanie wyników oznaczania.** Liczbę zmydlenia (LZ) obliczyć w mg KOH/g wg wzoru

$$LZ = \frac{(V_1 - V_2) C \cdot 56,1}{m}$$

w którym:

$V_1$  — objętość kwasu solnego użytego na zmiareczkowanie próby ślepej, ml,

Zgłoszona przez Instytut Chemii Przemysłowej  
 Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 30 kwietnia 1986 r.  
 jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1987 r.  
 (Dz. Norm. i Miar nr 12/1986, poz. 23)

- $V_2$  — objętość kwasu solnego na zmiareczkowanie badanej próby, ml,  
 $C$  — stężenie molowe roztworu kwasu solnego, mol/l,  
 56,1 — masa cząsteczkowa wodorotlenku potasowego,  
 $m$  — odważka badanej próbki, g.

**8. Dopuszczalna różnica między wynikami.** Wyniki dwóch równoległych oznaczeń nie mogą różnić się więcej niż podano w tabl. 2.

Tablica 2

| Liczba zmydlenia, mg KOH/g | Dopuszczalna różnica, g KOH/g |
|----------------------------|-------------------------------|
| do 20,0                    | 0,5                           |
| 20,0 ÷ 80,0                | 1                             |
| powyżej 80,0               | 3                             |

**9. Wynik końcowy oznaczania.** Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch oznaczeń zgodnych z p. 8. Wyniki poszczególnych oznaczeń i wynik końcowy należy zaokrąglić do pierwszego miejsca dziesiętnego zgodnie z PN-70/N-02120.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE

**1. Instytucja opracowująca normę** — Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa.

**2. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/6140-02 p. 2.13.** Przedstawiono metodę oznaczania liczby zmydlenia w emulsjach kosmetycznych; nowelizowana BN-64/6140-02 powoływała się na metodę z PN-71/C-04524, która została unieważniona.

**3. Normy związane**

PN-81/C-04280 Tłuszcze techniczne. Metody badań. Oznaczanie liczby zmydlenia

PN-81/C-04530/01 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach kwas-zasada (alkacymetrycznych)

PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników

PN-70/N-02120 Zasada zaokrąglania i zapisywania liczb

BN-77/6140-01/09 Emulsje kosmetyczne. Metody badań. Oznaczanie zawartości wody metodą destylacji azoetropowej z toluenem

**4. Autorzy projektu normy** — dr inż. Krystyna Ceglowska, mgr Hanna Turlewicz, Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa.