

WYROBY KOSMETYCZNE I PERFUMERYJNE	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-85
	Szampony do włosów Metody badań	6140-08/05
	Oznaczanie substancji anionowo czynnej	Zamiast BN-74/6140-08/05
		Grupa katalogowa 1419

BN-85/6140-08/05 (idt CT CƏB 2542-80)

PRZEDMOWA

Niniejsza norma jest wprowadzeniem do norm krajowych normy międzynarodowej CT CƏB 2542-80 pt: „Szampony do włosów i kąpiele. Metody oznaczania zawartości środków powierzchniowo czynnych” zatwierdzonej w grudniu 1980 r. w Berlinie przez Stałą Komisję Normalizacyjną.

Norma jest identyczna z normą międzynarodową CT CƏB 2542-80 pod względem merytorycznym, natomiast układ jej dostosowano do pozostałych arkuszy w celu zachowania spójności normy arkuszowej.

Poza zmianą układu do treści normy wprowadzono następujące zmiany redakcyjne:

a) podano sposób oznaczania zawartości laurylosiarczanu sodowego w produkcie handlowym użytym do przygotowywania roztworu mianowanego,

b) podano poprawne wzory na obliczanie stężenia roztworów Hyamine 1622, Sterinolu lub Septoneksu oraz obliczanie zawartości substancji anionowo-czynnej (w normie międzynarodowej są błędy drukarskie w tych wzorach),

c) Wszystkie wzory na obliczanie stężeń roztworów i zawartości składników podano w formie rozwiniętej.

Wprowadzone zmiany w układzie, korekta błędów drukarskich i inne wprowadzone zmiany redakcyjne (uzupełnienie treści opisem sposobu oznaczania zawartości laurylosiarczanu sodowego w produkcie handlowym, podanie wzorów w formie rozwiniętej), nie zmieniają merytorycznej treści normy i należy ją traktować jako identyczną z normą międzynarodową CT CƏB 2542-80 w zakresie metody oznaczania zawartości substancji anionowo-czynnej.

Przedmowa oraz Informacje dodatkowe stanowią krajowe uzupełnienie treści normy międzynarodowej CT CƏB 2542-80.

1. Przedmiot arkusza normy. Przedmiotem arkusza jest metoda oznaczania substancji anionowo-czynnej w płynnych szamponach do włosów. Norma nie dotyczy szamponów barwiących i mydlanych.

2. Zasada metody. Metoda polega na oznaczaniu zawartości substancji anionowo-czynnej w środowisku składającym się z fazy wodnej i fazy chloroformowej przez miareczkowanie dwufazowe mianowanym roztworem kationowo-czynnym (Hyamine 1622, Sterinolu lub Septoneksu) w obecności wskaźnika składającego się z mieszaniny barwnika kationowego (bromek dimidowy) i barwnika anionowego (błękit dwusulfinowy VN). Substancja anionowo-czynna tworzy z barwnikiem kationowym sól, która rozpuszcza się w chloroformie nadając tej warstwie zabarwienie czerwonoróżowe. W czasie miareczkowania kation odczynnika miareczkującego wypiera z soli bromek dimidowy i zabarwienie różowe ustępuje z warstwy chloroformowej w miarę tego, jak barwnik przechodzi do fazy wodnej. Nadmiar odczynnika miareczkującego tworzy z barwnikiem

anionowym sól, która rozpuszcza się w warstwie chloroformowej zabarwiając ją na kolor niebieski.

3. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol etylowy 96% (V/V) i roztwór 10% (V/V).

b) Chloroform cz.d.a.

c) Fenoloftaleina roztwór 1% (m/m) przygotowany w następujący sposób: rozpuścić 1 g fenoloftaleiny w 50 ml alkoholu etylowego 96% (V/V), a następnie mieszając dodać 50 ml wody destylowanej. Roztwór należy przesączyć, jeżeli utworzy się osad.

d) Hyamina 1622 (jednowodny chlorek benzylodwumetylo-2-[2-p/1, 1, 3, 3-czterometylenobutylo/fenoksy-etoksy]-etyloaminowy), M.c.z. 466,0. Roztwór o stężeniu 0,004 mol/l należy przygotować w następujący sposób: odważyć z dokładnością do 0,001 g 1,86 g Hyaminy 1622, rozpuścić w wodzie destylowanej, przemieścić ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Zgłoszona przez Instytut Chemii Przemysłowej
Ustanowiona przez Ministra Przemysłu Chemicznego i Lekkiego dnia 19 lipca 1985 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1986 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 9/1986 poz. 17)

e) Sterinol (bromek dwumetylołaurilobenzylamoniowy) M.cz. 386,0, roztwór wodny 10% (*m/m*). Roztwór o stężeniu 0,004 mol/l należy przygotować w następujący sposób: odważyć z dokładnością do 0,005 g 15,35 g 10%(*m/m*) Sterinolu, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać.

f) Septoneks (bromek *N*-1 α -karbotoksymentadecylo-1-trójmetyloamoniowy), M.cz. 422,5. Roztwór o stężeniu 0,004 mol/l należy przygotować w następujący sposób: odważyć z dokładnością do 0,001 g 1,69 g Septoneksu, rozpuścić w wodzie destylowanej, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml i dokładnie wymieszać.

g) Kwas siarkowy, roztwory o stężeniu 0,5 mol/l i 2,5 mol/l.

h) Laurylosiarczan sodowy (siarczan dodecylsodowy) specjalnie oczyszczony. Zawartość laurylosiarczanu w produkcie użytym do przygotowania roztworu należy oznaczyć w następujący sposób: odważyć z dokładnością do 0,001 g 5 \pm 0,2 g produktu handlowego. Przenieść naważkę ilościowo do kolby kulistej pojemności 250 ml, dodać dokładnie 25 ml roztworu kwasu siarkowego o stężeniu 0,5 mol/l i ogrzewać pod chłodnicą wodną zwrotną. Przez pierwsze 5 do 10 min roztwór będzie gęstniał i wykazywał skłonność do silnego pienienia. Proces ten należy kontrolować usuwając w razie potrzeby źródło ciepła i mieszając zawartość kolby. Po następnych 10 min roztwór ulega sklarowaniu i pienienie zanika. Zawartość kolby ogrzewać jeszcze przez 90 min, po czym przerwać ogrzewanie, ostudzić kolbę, opłukać chłodnicę i szyjkę kolby używając do tego 30 ml alkoholu etylowego i następnie niewielkiej ilości wody. Dodać kilka kropel 1% (*m/m*) roztworu fenolfaleiny i zmiareczkować mianowanym roztworem wodorotlenku sodowego o stężeniu 1 mol/l. Wykonać ślepą próbkę miareczkując 25 ml roztworu kwasu siarkowego o stężeniu 0,5 mol/l tym samym roztworem wodorotlenku sodowego.

Zawartość laurylosiarczanu sodowego (X_2) obliczyć w procentach (*m/m*) wg wzoru

$$X_2 = \frac{28,84 (V_1 - V_2) \cdot c}{m_1} \quad (1)$$

w którym:

28,84 — współczynnik przeliczeniowy na laurylosiarczan sodowy,

V_1 — objętość mianowanego roztworu wodorotlenku sodowego o stężeniu 1 mol/l użytego do zmiareczkowania ślepej próby, ml,

V_2 — objętość mianowanego roztworu wodorotlenku sodowego o stężeniu 1 mol/l użytego do zmiareczkowania badanej próby, ml,

c — dokładne stężenie molowe roztworu wodorotlenku sodowego, mol/l,

m_1 — odważka laurylosiarczanu sodowego, g.

Roztwór laurylosiarczanu sodowego o stężeniu 0,004 mol/l należy przygotować w następujący sposób: odważyć z dokładnością do 0,001 g 1,14 \div 1,16 g laury-

losiarczanu sodowego i rozpuścić w 200 ml wody destylowanej. Przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać.

Stężenie molowe roztworu laurylosiarczanu sodowego (c_1) obliczyć wg wzoru

$$c_1 = \frac{m_2 \cdot X_2}{288,4 \cdot 100} \quad (2)$$

w którym:

m_2 — odważka laurylosiarczanu sodowego, g,

X_2 — zawartość laurylosiarczanu sodowego w produkcie użytym do przygotowania roztworu, obliczona wg wzoru (1), % (*m/m*),

288,4 — masa cząsteczkowa laurylosiarczanu sodowego, g/mol.

i) Tetrapropylenobenzenosulfonian sodowy roztwór 5% (*m/m*) wzorcowy firmy Merck lub równoważny.

Roztwór o stężeniu 0,004 mol/l należy przygotować w następujący sposób: odważyć z dokładnością do 0,005 g 27,88 g 5% (*m/m*) roztworu tetrapropylenobenzenosulfonianu sodowego ($d = 1$ g/mol, M.cz. 348,53), przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać.

Stężenie molowe roztworu (c_1) obliczyć wg wzoru

$$c_1 = \frac{m_3 \cdot 5}{348,53 \cdot 100} \quad (3)$$

w którym:

m_3 — odważka tetrapropylenobenzenosulfonianu sodowego, g,

5 — zawartość tetrapropylenobenzenosulfonianu sodowego w roztworze wzorcowym, % (*m/m*),

348,53 — masa cząsteczkowa tetrapropylenobenzenosulfonianu sodowego, g/mol.

j) Wodorotlenek sodowy, roztwór mianowany o stężeniu 1 mol/l.

k) Wskaźnik podstawowy, roztwór wzorcowy firmy British Drag Houses LTD, Anglia; wskaźnik podstawowy jest wodnoalkoholowym roztworem bromku dimidowego (bromek 3,8-dwuamino-5-metylo-6-fenylfenantredyniowy) i błękitu dwusulfonowego (sól dwusodowa 2,4-dwusulfo-4',4"-dwuaminodwuetylotrójfenylometanu).

W przypadku braku wzorcowego wskaźnika podstawowego można go przygotować w następujący sposób: rozpuścić 0,2 g bromku dimidowego i 0,1 g błękitu dwusulfonowego VN, każdy osobno w 10 \div 20 ml ciepłego 10% (*V/V*) alkoholu etylowego, po czym zmieszać je razem, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml i uzupełnić do kreski 10% (*V/V*) alkoholem etylowym.

l) Wskaźnik mieszany, kwaśny roztwór przygotowany w następujący sposób: odmierzyć 20 ml wskaźnika podstawowego i zmieszać go w kolbie pomiarowej pojemności 500 ml z 200 ml wody destylowanej. Dodać

20 ml roztworu kwasu siarkowego o stężeniu 2,5 mol/l, dopełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać.

4. Aparatura i przyrządy

- Biureta pojemności 25 ml.
- Chłodnica zwrotna wodna.
- Cylinder pomiarowy pojemności 100 ml z doszlifowanym korkiem.
- Cylinder pomiarowy pojemności: 20 i 10 ml.
- Kolby pomiarowe pojemności: 1000, 500 i 100 ml.
- Kolba kulista pojemności 250 ml.
- Kolby stożkowe pojemności 100 ml z doszlifowanym korkiem.
- Naczynko wagowe z doszlifowaną pokrywą 30×30 mm.
- Zlewka pojemności 50 ml.

5. Nastawianie miana roztworów Hyamine 1622, Sterinolu lub Septoneksu. Odmierzyć pipetą 20 ml roztworu tetrapropylenobenzosulfonianu sodowego lub laurylosiarczanu sodowego do cylindra pomiarowego z doszlifowanym korkiem, dodać 10 ml wody destylowanej, 15 ml chloroformu i 10 ml wskaźnika mieszanego. Miareczkować otrzymany układ roztworem Hyamine 1622, Sterinolu lub Septoneksu, wstrząsając zawartość cylindra po każdym dodaniu odczynnika miareczkującego. W pobliżu punktu końcowego miareczkowania emulsja, która powstaje przy wstrząsaniu rozбивa się bardzo łatwo. Punkt końcowy ustala się w momencie całkowitego zniknięcia różowego zabarwienia dolnej warstwy chloroformowej i pojawienia się w niej odcienia szaroniebieskiego.

Stężenie molowe roztworu Hyamine 1622, Sterinolu lub Septoneksu (c_H) obliczyć wg wzoru

$$c_H = \frac{(c_1 \text{ lub } c_2) \cdot 20}{V_o} \quad (4)$$

w którym:

- c_1 — stężenie molowe roztworu laurylosiarczanu sodowego, mol/l,
- c_2 — stężenie molowe roztworu tetrapropylenobenzosulfonianu sodowego, mol/l,
- V_o — objętość roztworu Hyamine 1622, Sterinolu lub Septoneksu zużytego przy miareczkowaniu, ml.

Zaleca się obliczanie wartości średniej trzech oznaczeń, pomijając wynik pierwszego miareczkowania.

6. Wykonanie oznaczania. Do zlewki pojemności 50 ml odważyć z dokładnością do 0,001 g próbkę badanego szamponu w ilości odpowiadającej 1 g 100% (m/m) substancji anionowo czynnej (zwykle 5 ÷ 12 g produktu handlowego). Próbkę rozpuścić w wodzie destylowanej, dodać 5 kropli 1% (m/m) roztworu fenoloftaleiny i jeżeli to konieczne doprowadzić roztworem kwasu siarkowego o stężeniu 0,5 mol/l lub roztworem wodorotlenku sodowego o stężeniu 1 mol/l do lekko różowego zabarwienia. Otrzymany roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 ml. Kolbę dopełnić do kreski wodą destylowaną i dokładnie wymieszać. Odmierzyć pipetą 20 ml tak przygotowanego roztworu do cylindra pomiarowego z doszlifowanym korkiem, dodać 10 ml wody destylowanej, 15 ml chloroformu i 10 ml wskaźnika mieszanego, a następnie miareczkować roztworem Hyamine 1622, Sterinolu lub Septoneksu. W pobliżu punktu końcowego miareczkowania emulsja, która powstaje podczas miareczkowania przy wstrząsaniu łatwo rozбивa się. Punkt końcowy ustala się w momencie całkowitego zniknięcia różowego zabarwienia dolnej warstwy chloroformowej i pojawienia się w niej zabarwienia szaroniebieskiego.

7. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość substancji anionowo czynnej (X_3) należy obliczyć w procentach (m/m) wg wzoru

$$X_3 = \frac{2,5 \cdot c_H \cdot V \cdot M}{m} \quad (5)$$

w którym:

- c_H — stężenie molowe roztworu Hyamine 1622, Sterinolu lub Septoneksu obliczone wg wzoru (4), mol/l,
- V — objętość roztworu Hyamine 1622, Sterinolu lub Septoneksu zużytego do miareczkowania, ml,
- M — masa cząsteczkowa oznaczanej substancji anionowo czynnej, g/mol,
- 2,5 — współczynnik przeliczeniowy,
- m — odważka badanej próbki, g.

8. Dopuszczalna różnica między wynikami dwóch oznaczeń nie powinna przekraczać 3% wartości średniej.

9. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń zgodnych z p. 8.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-74/6140-08/05

a) wprowadzono zamienniki stosowanych dotychczas odczynników (Sterinol i Septoneks oraz laurylosiarczan sodowy),

b) podano sposób oznaczania zawartości laurylosiarczanu sodowego w produkcie handlowym,

c) wzory na obliczanie stężeń roztworu i zawartości składników podano w formie rozwiniętej,

d) wprowadzono nowy sposób oznaczania jednostek miar zgodny z wytycznymi PN-81/C-01055.

3. Normy międzynarodowe

RWPG СТ СЭВ 2542-80 Шампуни для мытья волос и вани. Метод определения массовой доли поверхностно — активного вещества — norma identyczna ze zmianami redakcyjnymi.

4. Autor projektu normy — dr Lechosław Boliński Instytut Chemii Przemysłowej.