

<b>WYROBY KOSMETYCZNE I PERFUMERYJNE</b>	<b>N O R M A   B R A N Ż O W A</b>	<b>BN-85</b>
	<b>Szampony do włosów Metody badań</b>	<b>6140-08/06</b>
	<b>Oznaczanie substancji kationowo czynnej</b>	Zamiast BN-74/6140-08/06  Grupa katalogowa 1419

BN-85/6140-08/06 (idt CT CЭB 2542-80)

### PRZEDMOWA

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

Norma jest identyczna z normą międzynarodową CT CЭB 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:

podano sposób oznaczania zawartości laurylosiarczanu sodowego w produkcie handlowym użytym do przygotowywania roztworu mianowanego.

a) podano poprawny wzór na obliczanie zawartości substancji kationowo czynnej (w normie międzynarodowej jest błąd drukarski w tym wzorze),

b) wszystkie wzory na obliczanie stężeń roztworów i zawartości składników podano w formie rozwiniętej.

Wprowadzono zmiany w układzie, uzupełnienie treści i korekta błędu drukarskiego nie zmieniają merytorycznej treści normy i należy ją traktować jako identyczną z normą międzynarodową CT CЭB 2542-80 w zakresie metody oznaczania zawartości substancji kationowo czynnej. Przedmowa oraz Informacje dodatkowe stanowią krajowe uzupełnienie treści normy międzynarodowej CT CЭB 2542-80.

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

**2. Zasada metody.** Metoda polega na oznaczaniu zawartości substancji kationowo czynnej w środowisku składającym się z fazy wodnej i fazy chloroformowej przez miareczkowanie dwufazowe mianowanym roztworem anionowo czynnym (tetrapropylenobenzosulfonian sodowy lub laurylosiarczan sodowy) w obecności wskaźnika składającego się z mieszaniny barwnika kationowego (bromek dimidowy) i barwnika anionowego (błękit dwusulfinowy VN). Substancja kationowo czynna tworzy z barwnikiem anionowym sól, która rozpuszcza się w chloroformie nadając tej warstwie zabarwienie niebieskie. W trakcie miareczkowania anion odczynnik miareczkującego wypiera z soli błękit dwusulfinowy i zabarwienie niebieskie ustępuje w miarę tego jak barwnik przechodzi do fazy wodnej. Nadmiar odczynnik tworzy z barwnikiem kationowym sól, która rozpuszcza się w warstwie chloroformowej zabarwiając ją na kolor różowy.

### 3. Odczynniki i roztwory

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

b) Chloroform.

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

e) Laurylosiarczan sodowy (siarczan dodecylosodowy) specjalnie oczyszczony.

Zawartość laurylosiarczanu sodowego w produkcie użytym do przygotowania roztworu należy oznaczyć w następujący sposób: odważyć z dokładnością do 0,001 g  $5 \pm 0,2$  g produktu. Przenieść do kolby kulistej pojemności 250 ml. Dodać dokładnie 25 ml roztworu kwasu siarkowego o stężeniu 0,5 mol/l i ogrzewać pod chłodnicą zwrotną. Przez pierwsze 5 do 10 min roztwór będzie gęstniał i wykazywał skłonność do silnego pienienia się. 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. Przerwać ogrzewanie, oziębić kolbę, opłukać chłodnicę i szyjkę kolby, używając

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)

30 ml alkoholu etylowego i następnie niewielkiej ilości wody. Dodać kilka kropli 1% roztworu fenoloftaleiny i zmiareczkować mianowanym roztworem wodorotlenku sodowego o stężeniu 1 mol/l. Wykonać ślepią próbę miareczkując 25 ml roztworu kwasu siarkowego o stężeniu 0,5 mol/l tym samym roztworem wodorotlenku sodowego.

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

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

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 próbki, 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 ÷ 1,16 g laurylosiarczanu sodowego i rozpuścić w 200 ml wody destylowanej. Roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać.

Stężenie molowe roztworu ( $c_1$ ) obliczyć wg wzoru

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

w którym:

$m_2$  — odważka laurylosiarczanu sodowego, g,

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

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

f) 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/ml M.cz. 348,53), przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać.

Stężenie molowe roztworu ( $c_t$ ) obliczyć wg wzoru

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

w którym:

$m_3$  — odważka tetrapropylenobenzenosulfonianu sodowego, g,

5 — zawartość tetrapropylenobenzenosulfonianu sodowego w roztworze wzorcowym, %, 348,53 — masa cząsteczkowa tetrapropylenobenzenosulfonianu sodowego, g/mol.

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

h) Wskaźnik podstawowy, roztwór wzorcowy firmy British Drag Hauses LTD, Anglia.

Wskaźnik podstawowy jest wodno-alkoholowym roztworem bromku dimidowego (bromek 3,8-dwuamino-5-metylo-6-fenylfenantredyniowy) i błękitu dwusulfinowego (sól dwusodowa 2,4-dwusulfo-4', 4''-dwuamino-dwuetylotrójfenylometanu).

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

i) 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 do kreski i dokładnie wymieszać.

#### 4. Aparatura i przyrządy

a) Biureta pojemności 25 ml.

b) Chłodnica zwrotna wodna.

c) Cylinder pomiarowy pojemności 100 ml z doszlifowanym korkiem.

d) Cylindry pomiarowe pojemności 20 ml i 10 ml.

e) Kolby pomiarowe pojemności 1000, 500 i 100 ml.

f) Kolba kulista pojemności 250 ml.

g) Kolby stożkowe pojemności 100 ml z doszlifowanym korkiem.

h) Naczynko wagowe z doszlifowaną pokrywką 30 × 30 mm.

i) Zlewka pojemności 50 ml.

5. Wykonanie oznaczania. Próbkę badanego szamponu odważyć z dokładnością do 0,0002 g w ilości odpowiadającej około 1 g 100-procentowej substancji kationowo czynnej, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 ml, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać. Odmierzyć pipetą 20 ml tego roztworu do cylindra pomiarowego pojemności 100 ml z doszlifowanym korkiem, dodać 15 ml chloroformu i 10 ml wskaźnika mieszanego, a następnie miareczkować roztworem laurylosiarczanu sodowego lub tetrapropylenobenzenosulfonianu sodowego o stężeniu 0,004 mol/l. Odczynnik miareczkujący dodawać porcjami po około 1 ml, mieszając po dodaniu każdej porcji. W pobliżu końcowego punktu miareczkowania emulsja, która powstaje w trakcie miareczkowania przy wstrząsaniu łatwo rozbija się. Miareczkować do momentu całkowitego zaniku niebieskiego zabarwienia dolnej warstwy chloroformowej i pojawienia się w niej zabarwienia różowego.

**6. Obliczanie wyników.** Zawartość substancji kationowo czynnej ( $X_4$ ) obliczyć w procentach ( $m/m$ ) wg wzoru

$$X_4 = \frac{2,5 \cdot (c_1 \text{ lub } c_i) \cdot V \cdot M}{m} \quad (4)$$

w którym:

- $c_1$  — stężenie roztworu laurylosiarczanu sodowego obliczone wg wzoru (2), mol/l,
- $X_4$  — stężenie roztworu tetrapropylenobenzenosulfonianu sodowego obliczone wg wzoru (3), mol/l,

$V$  — objętość roztworu laurylosiarczanu sodowego lub tetrapropylenobenzenosulfonianu sodowego zużytego do miareczkowania, ml,

$M$  — masa cząsteczkowa oznaczanej substancji kationowo czynnej, g/mol,

$m$  — odważka badanego szamponu, g,

2,5 — współczynnik przeliczeniowy.

**7. Dopuszczalna różnica między wynikami dwóch oznaczeń** nie powinna przekraczać 1% wartości średniej.

**8. Wynik końcowy oznaczania.** Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej trzech oznaczeń zgodnych z p. 7.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE

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

**2. Istotne zmiany w stosunku do BN-74/6140-08/06**

a) do miareczkowania wprowadzono zamiennik dotychczas stosowanego tetrapropylenobenzenosulfonianu sodowego (laurylosiarczan sodowy),

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

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

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

**3. Normy międzynarodowe**

RWPG СТ СЭВ 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, Warszawa.