

WYROBY KOSMETYCZNE I PERFUMERYJNE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-85
	Pasta do zębów Oznaczenie zawartości miedzi	6146-01/07
		Zamiast BN-74/6146-01/07
		Grupa katalogowa 1419

BN-85/6146-01/07 (idt CT CƏB 2541-80)

PRZEDMOWA

Niniejsza norma jest wprowadzeniem do norm krajowych normy międzynarodowej CT CƏB 2541-80 pt: „Pasta do zębów. Metody oznaczania zawartości metali ciężkich” zatwierdzonej w grudniu 1980 r. w Berlinie przez Stałą Komisję Normalizacyjną.

Norma jest identyczna z normą międzynarodową CT CƏB 2541-80 pod względem merytorycznym, natomiast układ jej dostosowano do pozostałych arkuszy w celu zachowania spójności normy arkuszowej.

Przedmowa oraz Informacje dodatkowe stanowią krajowe uzupełnienie treści normy międzynarodowej.

1. METODY OZNACZANIA ZAWARTOŚCI MIEDZI

1.1. Rodzaje metod. Rozróżnia się dwie metody oznaczania zawartości miedzi w pastach do zębów:

- a) polarograficzną,
- b) kolorymetryczną.

1.2. Zakres stosowania metod. Metody są stosowane do oznaczania zawartości miedzi w pastach do zębów. Do analiz rozjemczych należy stosować metodę polarograficzną.

2. METODA POLAROGRAFICZNA

2.1. Zasada metody. Oznaczanie polega na określeniu zawartości miedzi za pomocą polarografu po wstępnej mineralizacji próbki pasty do zębów.

2.2. Odczynniki i roztwory

- a) Amoniak cz.d.a., roztwór 10% (m/m).
- b) Fenoloftaleina, 0,5% (m/m) roztwór w alkoholu etylowym.
- c) Kwas azotowy ($d = 1,4$ g/ml), cz.d.a.
- d) Kwas solny ($d = 1,19$ g/ml), cz.d.a., roztwór 10% (m/m).
- e) Roztwór podstawowy do polarografowania przygotowany w następujący sposób: w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml odważyć 24 g świeżo przedestylowanej etylenodwuaminy cz.d.a., dodać do tego roztwór składający się z 10,7 g chlorku amonowego cz.d.a. i 50 ml wody destylowanej. Zawartość kolby dokładnie

wymieszać i po doprowadzeniu do temperatury 20°C, uzupełnić do kreski wodą destylowaną.

f) Siarczan miedziowy cz.d.a., roztwór wzorcowy przygotowany zgodnie z PN-81/C-06500 zawierający 1 mg Cu w 1 ml.

g) Siarczyn sodowy ($\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) cz.d.a., roztwór nasycony świeżo przygotowany.

h) Żelatyna cz., roztwór 0,5% (m/m) świeżo przygotowany.

2.3. Aparatura i przyrządy

- a) Kolby pomiarowe pojemności 100 ml.
- b) Lejek.
- c) Piec mufłowy.
- d) Polarograf.
- e) Pipety jednomiarowe pojemności: 2, 5, 10 i 20 ml i pipeta wielomiarowa pojemności 1 ml.
- f) Tygiel porcelanowy.
- g) Sączki twarde.
- h) Zlewka pojemności 150 ml.

2.4. Przygotowanie próbki do badań. Odważyć około 5 g badanej pasty z dokładnością do 0,001 g do tygla porcelanowego uprzednio wygotowanego w kwasie azotowym. Następnie tygiel z próbką pasty prażyć w piecu mufłowym w temperaturze 400 ÷ 450°C przez co najmniej 3 h do otrzymania suchej pozostałości o białym zabarwieniu. Po ochłodzeniu tygiel wraz z zawartością przenieść do zlewki pojemności 150 ml, zalać wodą destylowaną aż do całkowitego zanurzenia się tygla i dodać 10 ml kwasu azotowego. Zawartość zlewki ogrzać do wrzenia i utrzymywać w tym stanie przez

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)

15 min. Następnie wyjąć tygiel posługując się przecikiem szklanym i opłukać go wodą destylowaną nad zlewką. Otrzymany roztwór razem z resztkami osadu odparować do sucha. Suchą pozostałość w zlewce zalać 20 ml wody i 5 ml roztworu kwasu solnego, lekko ogrzać i przesączyć przez twardy sączek do kolby pomiarowej pojemności 100 ml. Zlewkę i sączek przemyć kilka razy małymi porcjami gorącej wody i roztwór z przemycia dołączyć do roztworu w kolbie. Roztwór w kolbie ochłodzić, dodać 2 krople fenoloftaleiny i zobojętnić roztworem wody amoniakalnej do lekko różowego zabarwienia.

2.5. Wykonanie oznaczenia. Do roztworu przygotowanego wg 2.4 dodać 20 ml roztworu podstawowego do polarografowania wg 2.2 e), 0,8 ml roztworu żelatyny, 2 ml roztworu siarczynu sodowego i po doprowadzeniu do temperatury 20°C uzupełnić wodą do kreski. Roztwór dokładnie wymieszać i wykonać w nim oznaczenie zawartości miedzi na polarografie, stosując metodę dodawania roztworu wzorcowego.

Uwaga. Zamiast stosowania roztworu siarczynu sodowego dopuszcza się przedmuchiwanie azotem przez 10 min, a następnie po dodaniu badanego roztworu jeszcze przez 5 min.

2.6. Obliczanie wyników. Zawartość miedzi w badanej próbce (X) obliczyć w procentach (m/m) wg wzoru

$$X = \frac{h \cdot c \cdot 100}{\left(h_1 + \frac{(h_1 - h) \cdot V}{V_1} \right) \cdot m} \quad (1)$$

w którym:

h_1 — wysokość krzywej polarograficznej badanego roztworu po dodaniu roztworu wzorcowego, mm,

h — wysokość krzywej polarograficznej badanego roztworu, mm,

V_1 — objętość roztworu wzorcowego, ml,

V — objętość polarografowanego roztworu badanego, ml,

c — stężenie miedzi w roztworze wzorcowym, g/ml,

m — odważka badanej próbki, g.

2.7. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń różniących się między sobą wartością liczbową nie więcej niż 0,001.

3. METODA KOLORYMETRYCZNA

3.1. Zasada metody. Oznaczenie polega na zmineralizowaniu badanej próbki pasty do zębów, a następnie wizualnym określeniu zawartości miedzi przez porównanie intensywności zabarwienia powstałego w wyniku reakcji miedzi z dwuetylodwutiokarbaminianem sodowym badanej próbki z przygotowaną skalą wzorców.

3.2. Odczynniki i roztwory

a) Amoniak cz.d.a., roztwór 25% (m/m).

b) Dwuetylodwutiokarbaminian sodowy cz.d.a., roztwór 0,5% (m/m) świeżo przygotowany.

c) Kwas azotowy ($d = 1,4$ g/ml) cz.d.a.

d) Kwas siarkowy ($d = 1,84$ g/ml) cz.d.a., roztwór 10% (m/m).

e) Kwas solny ($d = 1,19$ g/ml) cz.d.a., roztwór 10% (m/m).

f) Siarczan hydrazyny cz.d.a. krystaliczny lub szczawian amonowy cz.d.a., roztwór nasycony w wodzie redestylowanej.

g) Roztwór wzorcowy miedzi przygotowany w następujący sposób: 0,3928 g siarczynu miedziowego ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) cz.d.a., świeżo przekrystalizowanego i wysuszonego w eksykatorze do stałej masy, rozpuścić w niewielkiej ilości wody destylowanej, przelać do kolby pomiarowej na 100 ml, dodać 4 ml 10% (m/m) roztworu kwasu siarkowego i dopełnić wodą destylowaną do kreski. 5 ml tego roztworu rozcieńczyć do 50 ml w kolbie pomiarowej, a następnie 5 ml tego ostatniego roztworu rozcieńczyć również do 50 ml w kolbie pomiarowej uzyskując w ten sposób roztwór wzorcowy, który w 1 ml zawiera 10 mg miedzi.

3.3. Aparatura i materiały

a) Kolby pomiarowe pojemności: 50 i 100 ml.

b) Łepek.

c) Papierki lakmusowe.

d) Piec muflowy.

e) Pipety jednmiarowe pojemności 10 i 25 ml, pipety wielomiarowe pojemności 1 i 5 ml.

f) Sączki twarde.

g) Zlewka pojemności 150 ml.

3.4. Przygotowanie próbki do badań. Odważyć około 1 g pasty z dokładnością do 0,0001 g do tygla porcelanowego uprzednio wygotowanego w kwasie azotowym. Następnie tygiel z zawartością prażyć w piecu muflowym w temperaturze 400 ÷ 450°C przez co najmniej 3 h do otrzymania suchej pozostałości o białym zabarwieniu. Po ochłodzeniu tygiel wraz z zawartością przenieść do zlewki pojemności 150 ml, zalać wodą do całkowitego zanurzenia się tygla i dodać 10 ml kwasu azotowego. Zawartość zlewki ogrzać do wrzenia i utrzymywać go w tym stanie przez 15 min, a następnie wyjąć tygiel posługując się przecikiem szklanym i opłukać go wodą nad zlewką. Po usunięciu ze zlewki węgla, otrzymany roztwór z resztkami osadu odparować do sucha, dodać 10 ml kwasu solnego ($d = 1,19$) i ponownie odparować do sucha. Następnie dodać 0,1 g siarczynu hydrazyny i 10 ml wody destylowanej, dobrze wymieszać i odparować do sucha. Do osadu dodać 2 ml 10% (m/m) roztworu kwasu solnego i 10 ml wody destylowanej, ogrzać do wrzenia i na gorąco przesączyć do kolby pomiarowej pojemności 100 ml. Zlewkę i sączek przemyć kilkakrotnie wodą destylowaną, roztwór z przemycia dołączyć do roztworu w kolbie. Roztwór w kolbie ochłodzić do temperatury 20°C i uzupełnić wodą do kreski. Do kolby pomiarowej pojemności 50 ml odmierzyć pipetą 25 ml zmineralizowanego roztworu badanej próbki. Roztwór zalkalizować amoniakiem wobec papierka lakmusowego i ogrzewać 30 min na wrzącej łaźni wodnej. Następnie zawartość kolby ostudzić, po czym dopełnić wodą do kreski i pozostawić do następnego dnia w celu całko-

witego skoagulowania osadu wodorotlenku żelaza. Równocześnie w ten sam sposób należy postępować z próbką kontrolną (ślepa próba) przygotowaną z wyżej wymienionych odczynników z zachowaniem tej samej kolejności ich dodawania i tych samych warunków temperatury.

3.5. Przygotowanie skali wzorców. Skalę wzorców przygotować w następujący sposób: do próbek z bezbarwnego szkła odmierzyć pipetą kolejno: 0; 0,1; 0,2; 1 ml wzorcowego roztworu miedzi co odpowiada: 0, 1, 2, 3, 10 mg miedzi. Uzupełnić do 10 ml wodą, dodać 2 ml roztworu amoniaku i 1 ml dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego, następnie wymieszać. Do przygotowania skali wzorców nie należy używać roztworów z większą zawartością miedzi niż 10 mg/ml, gdyż powoduje to zmętnienie.

W przypadku wystąpienia zmętnienia wskazującego na wyższą zawartość miedzi niż 10 mg/ml, należy powtórzyć oznaczenie z mniejszą ilością badanego roztworu, uzupełniając wodą objętość roztworu w próbce do 10 ml.

3.6. Wykonanie oznaczenia. Do próbki z bezbarwnego szkła odmierzyć pipetą ostrożnie znad osadu 10 ml badanego roztworu, dodać 2 ml amoniaku i 1 ml roztworu dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego. Zawartość próbki dokładnie wymieszać i porównać żół-

te zabarwienie roztworu ze skalą wzorców przygotowaną wg 3.5. Jednocześnie z badaną próbką wykonać w taki sam sposób oznaczenie w roztworze ślepej próby i uzyskane zabarwienie również porównać ze skalą wzorców przygotowaną wg 3.5. Zabarwienie roztworu porównywać na białym tle, obserwując z góry powierzchnię roztworu.

3.7. Obliczanie wyników. Zawartość miedzi w badanej próbce pasty (X) obliczyć w procentach m/m wg wzoru

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 2000}{m} \quad (2)$$

w którym:

- m_1 — zawartość miedzi w badanej próbce, oznaczona przez porównanie ze skalą wzorców, g,
- m_2 — zawartość miedzi w próbce kontrolnej (ślepej próbce) oznaczona przez porównanie ze skalą wzorców, g,
- m — odważka badanej próbki, g.

3.8. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń różniących się między sobą wartością liczbową nie więcej niż 0,001.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-74/6146-01/07. Stężenia roztworów i oznaczenia liczności materii wyrażono w jednostkach zgodnych z wytycznymi PN-81/C-01055.

3. Normy związane
PN-81/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników i roztworów pomocniczych

4. Normy międzynarodowe

RWPG СТ СЭВ 2541-80 Паста зубная. Методы определения массовой доли тяжелых металлов — norma identyczna ze zmianami redakcyjnymi.

5. Autor projektu normy — dr Lechosław Boliński — Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa.