

WYROBY KOSMETYCZNE I PERFUMERYJNE	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-87
	Szampony do włosów	6140-08/11
	Metody badań	Zamiast BN-74/6140-08/11
	Oznaczanie siarczanów metodą miareczkowania potencjometrycznego	Grupa katalogowa 1419

BN-87/6140-08/11 (eqv CT CЭB 5190-85)

1. Przedmiot arkusza normy. Przedmiotem arkusza normy jest metoda oznaczania zawartości siarczanów w płynnych szamponach do włosów.

2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Metodę podaną w niniejszej normie należy stosować do oznaczania zawartości siarczanów w płynnych szamponach do włosów. Metodę można również stosować do półproduktów stosowanych do ich produkcji, których podstawowymi składnikami są środki powierzchniowo czynne (w tzw. bazach szamponowych) oraz do syntetycznych środków powierzchniowo czynnych będących produktami siarczanowania lub sulfonowania.

Metody nie należy stosować do szamponów barwiących i mydlanych.

3. Zasada metody. Metoda polega na ilościowym oznaczaniu siarczanów w szamponach do włosów za pomocą miareczkowania potencjometrycznego przy użyciu azotanu ołowiawego jako odczynnika miareczkującego wobec układu żelazicyjanek potasowy — żelazocyjanek potasowy.

4. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol etylowy rektyfikowany cz. 96% (V/V).

b) Azotan ołowiawy $Pb(NO_3)_2$ cz.d.a. roztwór o stężeniu $c[Pb(NO_3)_2] = 0,05 \text{ mol/l}$ przygotowany w następujący sposób: odważyć, po uprzednim wysuszeniu do stałej masy w temperaturze 150°C , 16,060 g azotanu ołowiawego z dokładnością do 0,001 g rozpuścić w wodzie destylowanej. Roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1 l, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać.

c) Kwas solny cz.d.a. roztwór o stężeniu $c(HCl) = 0,1 \text{ mol/l}$ przygotowany wg PN-81/C-04530/01 p. 2.1.

d) Siarczan potasowy K_2SO_4 cz.d.a. roztwór 1%(m/m) przygotowany w następujący sposób: odważyć po uprzednim wysuszeniu do stałej masy w temperaturze 250°C , 5 g siarczanu potasowego z dokładnością do 0,001 g i rozpuścić w wodzie destylowanej. Roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 ml, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać.

e) Żelazocyjanek potasowy roztwór o stężeniu $c\{K_4[Fe(CN)_6]\} = 0,005 \text{ mol/l}$ przygotowany w następujący sposób: odważyć 0,211 g $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3 H_2O$ cz.d.a. z dokładnością do 0,001 g rozpuścić w wodzie destylowanej i przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 ml.

Roztwór uzupełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać.

f) Żelazicyjanek potasowy roztwór o stężeniu $c\{K_3[Fe(CN)_6]\} = 0,1 \text{ mol/l}$ przygotowany w następujący sposób: odważyć 3,290 g $K_3[Fe(CN)_6]$ cz.d.a. z dokładnością do 0,001 g rozpuścić w wodzie destylowanej i przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 ml.

Roztwór uzupełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać.

5. Aparatura i przyrządy

a) Zestaw do miareczkowania potencjometrycznego (np. Radiometr lub Titrometr).

b) Zestaw zastępczy składający się z:

- pehametru mającego potencjometr wyskalowany w mV,
- elektrody platynowej i nasyconej elektrody kalomelowej,
- mieszadła magnetycznego,
- biurety o pojemności 25 ml,
- wysokiej zlewki pojemności 250 ml.

c) Kolby pomiarowe pojemności 100 i 1000 ml.

d) Zlewki pojemności 100 i 250 ml.

6. Mianowanie roztworu azotanu ołowiawego

a) Oznaczanie stężenia roztworu siarczanu potasowego. Ilość gramów siarczanu potasowego zawartą w 1 ml roztworu (X_1) należy obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1}{500} \quad (1)$$

w którym:

m_1 — odważka siarczanu potasowego wg p. 4d), g.

b) Oznaczanie stężenia roztworu azotanu ołowiawego. Do naczynka do miareczkowania lub zlewki po-

Zgłoszona przez Instytut Chemii Przemysłowej
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 29 kwietnia 1987 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1988 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 10/1987, poz. 25)

jemności 250 ml odmierzyć kolejno: 10 ml roztworu siarczanu potasowego wg p. 4d), 15 ml wody destylowanej, 50 ml alkoholu etylowego wg p. 4a), 3 ml 0,1 molowego kwasu solnego wg p. 4c), 0,1 ml roztworu żelazocyjanku potasowego wg p. 4e) i 1 ml roztworu żelazicyjanku potasowego wg 4f). Następnie wykonać miareczkowanie potencjometryczne, stosując zestaw wg p. 5a) lub zestaw zastępczy wg p. 5b).

W przypadku stosowania zestawu zastępczego roztwór azotanu ołowiawego należy dodawać porcjami początkowo po 0,5 ml, a w miarę zbliżania się do punktu końcowego po 0,1 ml ciągle mieszając. Po upływie 1 min od dodania roztworu azotanu ołowiawego należy zmierzyć wielkość potencjału, ustawiając gałkę pehametru w położeniu „+mV”. Po odczytaniu wartości potencjału gałkę pehametru ustawić na „0”.

Podczas pomiaru nie należy wyłączać mieszadła. Miareczkowanie należy prowadzić do wyraźnego skoku potencjału. W przypadku zastosowania zestawu z automatyczną rejestracją, krzywa zależności zmian wartości potencjału od ilości dodanego odczynnika miareczkującego jest wykreślona przez rejestrator.

W przypadku zastosowania zestawu zastępczego należy wykreślić krzywą, odkładając na osi odciętych x ilości ml roztworu azotanu ołowiawego na osi rzędnych y odczytane wartości potencjałów w mV.

Ilość ml roztworu azotanu ołowiawego zużytą do miareczkowania wyznaczyć z krzywej metodą graficzną. W tym celu należy wykreślić dwie równoległe styczne do krzywej miareczkowania przed i po punkcie przebiegu i poprowadzić ich środkową. Odcięta punktu przecięcia się środkowej z krzywą miareczkowania wyznacza liczbę ml odpowiadających punktowi końcowemu miareczkowania.

Stężenie c roztworu azotanu ołowiawego $Pb(NO_3)_2$ obliczyć w mol/l wg wzoru

$$c = \frac{10 \cdot X_1 \cdot 1000}{V_1 \cdot 174,266} \quad (2)$$

w którym:

X_1 — ilość siarczanu potasowego zawarta w 1 ml roztworu pobranego do miareczkowania, g,

V_1 — ilość azotanu ołowiawego zużyta do zmiareczkowania próbki siarczanu potasowego, ml,

174,266 — masa molowa siarczanu potasowego, g/mol.

7. Wykonanie oznaczania. W naczynku do miareczkowania lub w zlewce pojemności 250 ml odważyć ok. 5 g badanego szamponu z dokładnością do 0,001 g, dodać 20 ml wody destylowanej i dokładnie wymieszać. Następnie dodać 50 ml alkoholu etylowego, 3 ml 0,1-molowego kwasu solnego, 0,1 ml roztworu żelazocyjanku potasowego i 1 ml roztworu żelazicyjanku potasowego.

Miareczkowanie potencjometryczne należy przeprowadzić analogicznie jak w p. 6.

8. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość siarczanów (X_2) w przeliczeniu na siarczan sodowy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{V_2 \cdot c \cdot 142,06 \cdot 100}{m_2 \cdot 1000} \quad (3)$$

w którym:

V_2 — ilość roztworu azotanu ołowiawego zużyta do zmiareczkowania próbki, ml,

c — stężenie roztworu azotanu ołowiawego oznaczone wg p. 6b), mol/l,

m_2 — odważka badanego szamponu, g,

142,06 — masa molowa siarczanu sodowego, g/mol.

9. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej trzech równoległych oznaczeń różniących się między sobą wartością liczbową nie więcej niż 0,02.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Chemii Przemysłowej — Warszawa, ul. Rydygiera 8.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-74/6140-08/11

a) zrezygnowano z oznaczania stężenia roztworu siarczanu potasowego metodą wagową; stężenie roztworu siarczanu potasowego oblicza się z odważki K_2SO_4 wysuszonego do stałej masy, co nie powoduje obniżenia dokładności metody, a tylko jej uproszczenie,

b) podano uściślony sposób graficznego wyznaczania ilości roztworu azotanu ołowiawego zużytego do miareczkowania,

c) zgodnie z wytycznymi PN-81/C-01055 zmieniono symbole we wzorach na obliczanie stężeń,

d) układ normy dostosowano do wytycznych PN-82/N-02007 i PN-83/N-02013.

3. Normy i dokumenty związane

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

Minczewski J., Marczenko Z.: Chemia analityczna. Analiza instrumentalna t.III s.193 ÷ 226. Warszawa: PWN 1976

4. Normy międzynarodowe

RWPG СТ СЭВ 5190-85 Шампуни для ухода за волосами и для ванны. Метод определения содержания сульфатов — норма равноважна

5. Autor projektu normy — dr Lechosław Boliński — Instytut Chemii Przemysłowej — Warszawa, ul. Rydygiera 8.