

WYROBY PERFUMERYJNE I KOSMETYCZNE	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-87
	Pasty do zębów Oznaczanie zawartości fosforanów	6146-01/08
		Zamiast BN-74/6146-01/08
		Grupa katalogowa 1416

BN-87/6146-01/08 (eqv CT CЭB 5185-85)

1. Przedmiot arkusza normy. Przedmiotem arkusza normy jest metoda oznaczania zawartości fosforanów w przeliczeniu na P_2O_5 w pastach do zębów.

2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Metodę podaną w niniejszej normie należy stosować do oznaczania zawartości fosforanów w pastach do zębów zawierających jako jeden ze składników fosforan wapniowy — $CaHPO_4 \cdot 2H_2O$.

3. Zasada metody. Oznaczanie polega na zmineralizowaniu próbki pasty do zębów, następnie zhydrolizowaniu fosforanu dwuwapniowego, oddzieleniu jonów wapnia na kolumnie wypełnionej kationitem i oznaczeniu metodą potencjometryczną pozostałego w roztworze kwasu *o*-fosforowego.

4. Odczynniki i roztwory

a) Kationit silnie kwaśny, np. Amberlit IR — 120 lub Dowex — 50 w formie wodorowej.

b) Kwas solny stężony cz.d.a, $d=1,18$ g/ml i roztwór o stężeniu $c = 3$ mol/l.

c) *o*-fosforan jednopotasowy bezwodny (KH_2PO_4) cz.d.a, wysuszony do stałej masy w temperaturze $105^\circ C$.

d) Wodorotlenek sodowy cz.d.a, roztwory o stężeniu $c = 10$ mol/l, $c = 3$ mol/l i $c = 0,1$ mol/l wolny od CO_2 , przygotowany wg PN-81/C-04530/01 p. 2.2.2.1.

5. Aparatura, przyrządy i materiały

a) Biureta do miareczkowania z zamknięciem do pochłaniania CO_2 z powietrza (np. z U-rurką wypełnioną wapnem sodowanym).

b) Kolumna szklana o średnicy 2 cm i wysokości 30 cm.

c) Łaźnia wodna.

d) Mieszadło magnetyczne.

e) Pehametr z elektrodą szklaną i nasyconą kalomelową lub kombinowaną.

f) Piec do spalań o temperaturze roboczej nie mniej niż $500^\circ C$ z regulacją temperatury.

g) Suszarka laboratoryjna z regulacją temperatury.

h) Tygiel porcelanowy lub platynowy.

i) Sączki z bibuły do sączenia „twarde” o średnicy 7 cm szybkościące.

j) Lejek o średnicy 7 cm.

k) Zlewki pojemności: 100, 25, 400 i 500 ml.

6. Przygotowanie kolumny z kationitem. Około 200 g kationitu odważyć do zlewki pojemności 500 ml, dodać 250 ml wody destylowanej i pozostawić na 24 h do napęcznienia. Na dno kolumny włożyć trochę waty szklanej, następnie kolumnę napęczyć napęczniałym kationitem do wysokości około 15 cm. Kationit należy układać w taki sposób, aby w kolumnie nie było pęcherzyków powietrza. Następnie przez kolumnę przepuszczać 3-molowy roztwór kwasu solnego z szybkością około 100 ml/h, tak długo aż stężenie kwasu wypływającego z kolumny będzie równe stężeniu kwasu użytego do przemywania kolumny. Stężenie kwasu oznaczyć, miareczkując 3-molowym roztworem NaOH wobec oranżu metylowego. Po tej operacji kationit przemyć wodą destylowaną do całkowitego zaniku chlorków w przesączu (próba jakościowa z azotanem srebra). Należy zwracać uwagę, aby w czasie tych operacji warstwa kationitu w kolumnie była zawsze pokryta cieczą, ponieważ pęcherzyki powietrza utrudniają przepływ cieczy oraz zmniejszają zdolność jonowymienną.

7. Wykonanie oznaczania. W zależności od przewidywanej zawartości P_2O_5 w badanej paście, do tygla porcelanowego lub platynowego odważyć z dokładnością do 0,0002 g następującą ilość pasty (X_1) obliczoną wg wzoru

$$X_1 = \frac{8,5}{a} \quad (1)$$

w którym:

a — przewidywana zawartość P_2O_5 w paście określona w normie przedmiotowej, $\%(m/m)$,

8,5 — współczynnik przeliczeniowy.

Odważkę pasty wysuszyć w suszarce w temperaturze $60 \div 80^\circ C$, a następnie prażyć w piecu przez 2 h w temperaturze $500^\circ C$. Suchą pozostałość w tyglu zważyć kilkoma kroplami stężonego kwasu solnego

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)

($d=1,18$ g/ml) i przenieść mieszaninę ilościowo pięcioma porcjami, po 5 ml gorącej wody destylowanej do zlewki pojemności 100 ml. Do mieszaniny w zlewce dodać jeszcze kroplami stężonego kwasu solnego ($d=1,18$ g/ml) do całkowitego rozpuszczenia się osadu i po doprowadzeniu do wrzenia ogrzewać przy lekkim wrzeniu na łaźni wodnej przez 15 min. Następnie gorący roztwór przesączyć przez twardy sącze, po czym przemyć zlewkę oraz sącze gorącą wodą destylowaną. Przesącz i popłuczyny zebrać w zlewce pojemności 250 ml (objętość przesączu i popłuczyn powinna wynosić około 70 ml). Roztwór w zlewce ochłodzić i mieszając dodawać kroplami 10-molowy roztwór wodorotlenku sodowego, do momentu pojawienia się pierwszego trwałego zmętnienia, które należy zlikwidować poprzez dodatek kilku kropli 3-molowego kwasu solnego. Przygotowany w ten sposób roztwór przepuścić przez kolumnę wypełnioną kationitem. Wyciek z kolumny zebrać do zlewki pojemności 400 ml. Następnie przepłukać kolumnę sześciokrotnie porcjami po 25 ml wody destylowanej, dołączając popłuczyny do roztworu przepuszczonego przez kolumnę. Roztwory należy przepuszczać przez kolumnę z szybkością $30 \div 40$ kropli na minutę. Po przepłukaniu kolumny doprowadzić pod pehametrem pH roztworu w zlewce do 4,1 i miareczkować pod pehametrem 0,1-molowym roztworem wodorotlenku sodowego do momentu uzyskania $\text{pH} = 8,8$. Następnie w zlewce pojemności 250 ml odważyć z dokładnością do 0,0002 g 0,35 g *o*-fosforanu jednopotasowego, dodać 50 ml wody destylowanej i dodając kroplami roztworu 3-molowego kwasu solnego, doprowadzić pH roztworu do 4,1. Tak przygotowany roztwór miareczkować pod pehametrem 0,1-molowym roz-

tworem wodorotlenku sodowego do momentu uzyskania $\text{pH} = 8,8$.

8. Obliczanie wyników. Zawartość fosforanów w przeliczeniu na P_2O_5 (X_2) w badanej paście do zębów obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{0,5216 \cdot V_1 \cdot m_1}{m \cdot V_2} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

V_1 — objętość 0,1-molowego roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do zmiareczkowania badanej próbki pasty, ml,

m_1 — odważka *o*-fosforanu jednopotasowego, g,

m — odważka badanej pasty, g,

V_2 — objętość 0,1-molowego roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do zmiareczkowania odważki *o*-fosforanu jednopotasowego, ml,

0,5216 — współczynnik przeliczeniowy na P_2O_5 .

9. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej trzech równoległych oznaczeń różniących się między sobą wartością liczbową nie większą niż 0,5.

10. Regeneracja kolumny z kationitem. Po każdym oznaczaniu należy przeprowadzić regenerację kolumny. W tym celu przez kolumnę należy przepuszczać 3-molowy roztwór kwasu solnego z szybkością 100 ml/h tak długo, aż stężenie kwasu wypływające z kolumny będzie równe stężeniu kwasu wpływającego na kolumnę. Następnie kationit przemyć wodą destylowaną do reakcji obojętnej i pozostawić warstwę jonitu całkowicie pokrytą wodą destylowaną.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-74/6146-01/08

a) podano sposób przygotowania i regeneracji kolumny z kationitem,

b) układ normy dostosowano do wytycznych wg PN-82/N-02007 i PN-83/N-02013,

c) układ jednostek masy, objętości i stężeń dostosowano do wytycznych PN-81/C-01055.

3. Normy związane

PN-81/C-04530/01 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych).

Roztwory stosowane w miareczkowaniach kwas — zasada (alkalimetrycznych).

4. Normy międzynarodowe

RWPG СТ СЭВ 5185-85 Пасты зубные. Метод определения содержания фосфатов — норма równoważna.

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