

WYROBY KOSMETYCZNE I PERFUMERYJNE	NORMA BRANŻOWA	BN-77
	Emulsje kosmetyczne	6140-01
	Metody badań	Arkusz 09
	Oznaczanie zawartości wody metodą destylacji azeotropowej z toluenem	Zamiast BN-64.6140-02 p. 2.3
		Grupa katalogowa XIV 19

1. Przedmiot normy. Przedmiotem arkusza jest metoda oznaczania zawartości wody w kremach, mleczkach i śmietankach kosmetycznych.

2. Zasada metody. Metoda polega na oddestylowaniu wody zawartej w emulsji z dodaną cieczą azeotropującą (toluenem) i zmierzeniu ilości oddestylowanej wody w odbieralniku pomiarowym.

3. Aparatura, przyrządy i materiały

a) Aparat destylacyjny (rys. 1), którego w skład wchodzi:

- kolba (1) pojemności 500 cm³ z krótką szyjką, ze szkła termicznie odpornego ze szlifem normalnym 20,2/32 wg PN-74/B-13011; dopuszcza się stosowanie kolby o innym szlifie normalnym przy zastosowaniu odpowiedniej nasadki redukcyjnej, jak również kolby metalowej spawanej miedzią,

- odbieralnik pomiarowy (2) o kształcie i wymiarach wg rys. 2 lub o bardziej wydłużonej zwymiarowanej części dolnej, o podziałce do 10 cm³ wg rys. 2 i dopuszczalnej tolerancji wg tabl. 1,

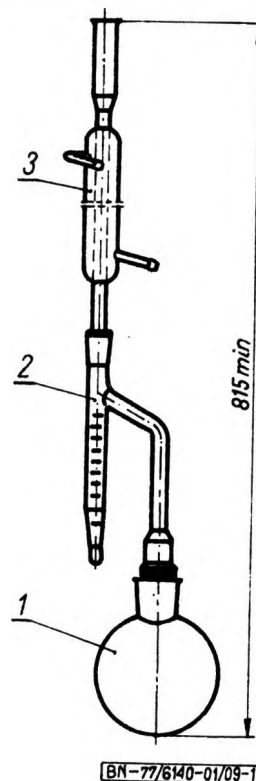
- chłodnica (3) wg rys. 3.

b) Cylinder pomiarowy pojemności 100 cm³.

c) Elektryczna płytka grzejna.

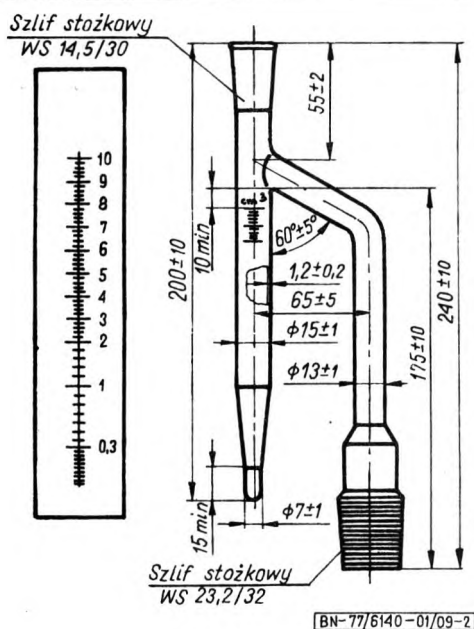
d) Pręcik szklany długości około 500 mm z gumową nasadką lub pręcik metalowy ze zgrubieniem na końcu.

e) Pumeks lub niepolerowana porcelana (albo zatopione z jednej strony kapilary szklane).

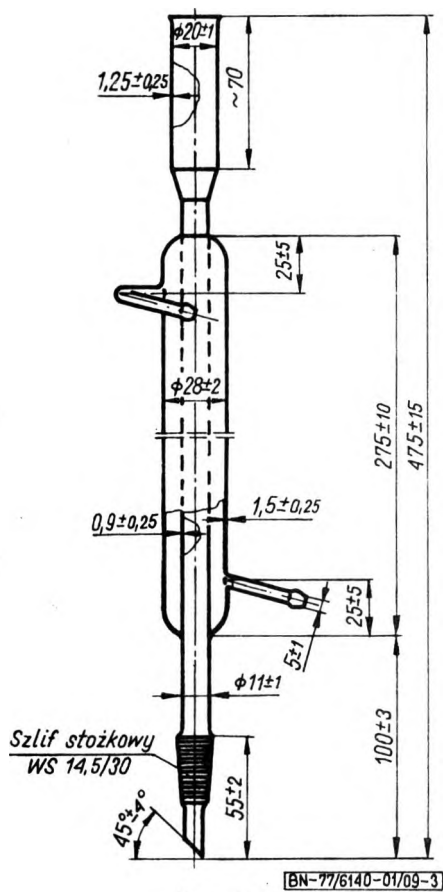


Rys. 1

Zgłoszona przez Instytut Chemii Przemysłowej
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Chemii Gospodarczej POLLENA dnia 11 lipca 1977 r.
jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą od dnia 1 kwietnia 1978 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 20/1977 poz. 65)



Rys. 2



Rys. 3

Tablica 1

Zakres skali	Działka elementarna	Dopuszczenie odchylenia
cm ³		
0 ÷ 0,03	0,03	±0,010
0,03 ÷ 0,30	0,03	±0,015
0,30 ÷ 1,0	0,10	±0,050
1,00 ÷ 10,0	0,20	±0,100

4. Odczynniki i roztwory

a) Oleina bezwodna lub olej silikonowy.

b) Toluen cz. d. a., nasycony wodą w następujący sposób: zmieszać toluen z niewielką ilością wody destylowanej i po wytrząsaniu w ciągu minuty pozostawić do odstania wody. Po oddzieleniu warstwy wodnej toluen przedestylować na tałni wodnej pod wyciągiem.

5. Wykonanie oznaczania. Odważyć w kolbie destylowanej odważkę badanej emulsji w zależności od przewidywanej zawartości wody wg tabl. 2.

Tablica 2

Przewidywana zawartość, %	Odważka emulsji, g	Dokładność ważenia, %
do 10,0	100 ± 1	0,10
10,1 ÷ 20,0	50 ± 0,5	0,05
20,0 ÷ 50,0	20 ± 0,25	0,02
powyżej 50,	10 ± 0,2	0,02

Do kolby z odważoną próbką wlać 100 cm³ toluenu i zawartość kolby dokładnie wymieszać aż do rozpuszczenia (ujednorodnienia mieszaniny). Następnie do kolby wrzucić kilka kawałków pumeksu lub innego środka przeciw przegrzewaniu cieczy (wg 2.2e), a w przypadku emulsji o skłonności do pienienia 1 – 2 g oleiny lub kilka kropli oleju silikonowego, po czym zestawić aparaturę destylacyjną wg rys. 1.

Do chłodnicy włączyć obieg wody i ogrzewać kolbę na elektrycznej płytce grzewczej pod wyciągiem tak, aby uzyskać szybkość skraplania 2÷4 kropli na sekundę. Destylację zakończyć w chwili całkowitej klarowności cieczy azeotropującej przelewającej się z odbieralnika do kolby oraz po ustaleniu się poziomu wody w odbieralniku. Czas destylacji nie powinien przekraczać godziny. Jeżeli na kilka minut przed zakończeniem destylacji w rurce chłodnicy zgromadziły się krople wody, należy zwiększyć ogrzewanie lub zamknąć dopływ wody do chłodnicy, aby gorące pary zmyły do odbieralnika zatrzymane na ściankach chłodnicy krople wody. Jeżeli zabiegi te nie dadzą pożądanego rezultatu, włączyć ogrzewanie kolby i przecikiem szklanym lub metalowym zepchnąć pozostałe krople wody ze ścianek chłodnicy do odbieralnika. Po ochłodzeniu destylatu i wody w odbieralniku do temperatury 20 ± 2°C rozmontować zestaw i przecikiem zepchnąć krople wody przyległe do wewnętrznej strony odbieralnika. W przypadku gdy górna warstwa cieczy w odbieralniku nie jest całkowicie klarowna lub gdy ilość wydzielanej wody jest niewielka (do 0,3 cm³), odbieralnik ustawić na tałni wodnej o temperaturze 80°C na 20 ÷ 30 min, po czym ponownie ochładzać destylat wraz z odbieralnikiem do temperatury 20 ± 2°C i odczytać objętość zebranej wody z dokładnością do pierwszej górnej działki elementarnej nad powierzchnią wody.

6. Obliczanie wyników. Zawartość wody (X) w badanej emulsji obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot \rho_w}{m} \cdot 100$$

w którym:

V - objętość wody w odbieralniku pomiarowym, cm^3 ,
 ρ_w - gęstość wody w temperaturze $20 \pm 2^\circ\text{C}$, g/cm^3 ,

m - odważka emulsji, g.

Dla uproszczenia obliczeń zakłada się, że gęstość wody w temperaturze $20 \pm 2^\circ\text{C}$ jest równa 1 g/cm^3 .

7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, dla których objętość wydzielonej wody nie różni się więcej niż o 1 działkę elementarną podziałki odbieralnika.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Instytut Chemii Przemysłowej, Pion Chemii Gospodarczej POLLENA, Warszawa.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/6140 p. 2, 3.
Podano w arkuszu zmodyfikowaną metodę bez powoływania się na PN-55/C-04523.

3. Normy związane
PN-74/B-13011 Szlify złączy szklanych

4. Normy międzynarodowe
RWPB PC 5615-76 Косметическо-парфюмерные изделия. Косметические эмульсии. Методы испытаний. Определение содержания воды методом азеотропной дистилляции

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