

WYROBY KOSMETYCZNE I PERFUMERYJNE	NORMA BRANŻOWA	BN-79
	Pasta do zębów	6146-01
	Oznaczanie zawartości fluoru	Arkusz 10
		Grupa katalogowa XIV 16

1. Przedmiot normy. Przedmiotem arkusza jest metoda oznaczania wartości fluoru w pastach do zębów metodą kolorymetryczną.

2. Zakres stosowania metody. Metoda ma zastosowanie do oznaczania zawartości fluoru w pastach do zębów leczniczych o działaniu przeciwnadkwasotwórczym, zawierających jako składnik czynny fluor w postaci jonowej.

Metoda może być stosowana do badania past do zębów, których głównym składnikiem jest węglan wapnia, jak również past zawierających w swoim składzie krzemionkę koloidalną.

3. Zasada metody. Metoda polega na zmineralizowaniu próbki badanej pasty i oddestylowaniu fluorowodoru, który w postaci fluorku amonu, reagując z kompleksem alizaryny S i soli toru, powoduje zmianę barwy części kompleksu z czerwonej na żółtą. Zawartość fluoru oznacza się na podstawie kolorymetrycznego pomiaru intensywności zabarwienia niezmiennego kompleksu.

W przypadku oznaczania fluoru obok SiO_2 przed zmineralizowaniem próbki należy oddzielić krzemionkę koloidalną przez odwirowanie.

4. Aparatura, przyrządy i materiały

- Chłodnica wg Liebiga o długości 400 mm.
- Cylinder pomiarowy pojemności 100 cm^3 .
- Kolba kulista pojemności 250 cm^3 .
- Kolby pomiarowe pojemności 1 dm^3 , 250 cm^3 , 100 cm^3 .
- Łaźnia olejowa.
- Nasadka do destylacji.
- Pehametr.
- Pipety jednomiarowe pojemności 25 cm^3 , 10 cm^3 , 5 cm^3 , 2 cm^3 .
- Probówki do wirówki pojemności 50 cm^3 .
- Pumeks lub niepolerowana porcelana.
- Spektrokolorymetr Specol.
- Suszarka elektryczna.
- Waga analityczna.
- Wirówka laboratoryjna.
- Zlewka pojemności 100 cm^3 .

5. Odczynniki i roztwory

- Aceton cz. d. a.
- Alizaryna S; odważyć $1,1556 \text{ g}$ alizaryny S z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$ i przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1 dm^3 . Następnie dodać $0,15 \text{ g}$ octanu sodowego odważonego z taką samą dokładnością, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.
- Amoniak cz. d. a., roztwór $0,5 \text{ N}$.
- Bufor; odważyć 105 g octanu sodowego i przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1 dm^3 . Następnie dodać 100 cm^3 kwasu octowego lodowatego, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Wartość pH buforu sprawdzona pehametrem powinna wynosić dokładnie $4,3$.

- Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy $0,1$ -procentowy.
- Kwas siarkowy cz. d. a., stężony.
- Kwas solny cz. d. a., roztwór około $0,5 \text{ N}$.
- Roztwór azotanu toru; odważyć $1,0447 \text{ g}$ dwunastowodnego azotanu toru cz. d. a. i przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 dm^3 . Uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

i) Roztwór wzorcowy fluorku sodowego: $0,06 \text{ g}$ fluorku sodowego cz. d. a., uprzednio wysuszonego w temperaturze 105°C odważyć z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm^3 , uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Roztwór może być używany do oznaczeń w ciągu tygodnia od chwili przygotowania.

6. Wykonanie oznaczania. W kolbie kulistej pojemności 250 cm^3 odważyć z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$ około $0,75 \text{ g}$ badanej pasty i dodać 60 cm^3 wody.

W przypadku oznaczania zawartości fluoru obok SiO_2 , odważyć $0,75 \text{ g}$ pasty w próbce wirówkowej, dodać 20 cm^3 wody i wymieszać.

Następnie probówkę umieścić w wirówce i wirować przez 15 min .

Wirowanie powtórzyć jeszcze dwukrotnie, dodając każdorazowo 20 cm^3 wody; ciecz znad osadu należy zebrać po każdym wirowaniu do kolby kulistej pojemności 250 cm^3 .

Zgłoszona przez Fabrykę Kosmetyków POLLENA-LECHIA
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Chemii Gospodarczej POLLENA dnia 28 lutego 1979 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1979 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 13/1979 poz. 69)

Dalej oznaczanie należy wykonać jednakowo dla past, których głównym składnikiem jest węglan wapnia, jak również zawierających w swoim składzie krzemionkę koloidalną.

Do roztworu w kolbie odmierzyć 50 cm^3 kwasu siarkowego, wrzucić kilka kawałków pumeksu lub innego środka przeciw przegrzewaniu cieczy i natychmiast połączyć kolbę z chłodnicą Liebiga. Podczas destylacji koniec chłodnicy powinien być zanurzony w odbieralniku zawierającym 5 cm^3 wody destylowanej zalkalizowanej $0,5\text{N}$ roztworem amoniaku wobec fenoloftaleiny. Destylację prowadzić na łaźni olejowej o temperaturze 200°C przez około 30 min od momentu zagotowania.

Jeżeli w czasie destylacji roztwór w odbieralniku ulegnie odbarwieniu, należy dodać do niego $0,5\text{N}$ roztworu amoniaku, aż do ponownego zabarwienia.

Otrzymany destylat przenieść ilościowo do kolby pojemności 100 cm^3 i zobojętnić $0,5\text{N}$ roztworem kwasu solnego do odbarwienia roztworu.

Do drugiej kolby pomiarowej pojemności 100 cm^3 odmierzyć pipetą 5 cm^3 roztworu wzorcowego fluorku sodowego, a następnie do obydwu kolb dodać:

5 cm^3 alizaryny S,

2 cm^3 buforu,

10 cm^3 roztworu azotanu toru,

25 cm^3 acetonu,

uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

Jednocześnie należy przygotować próbkę odnośnikową z tych samych ilości odczynników.

Absorbancję roztworu oznaczyć na spektrokolorymetrze Specol po 15 min od chwili dodania alizaryny S, używając kuwet o grubości 1 cm, przy długości fali 585 nm. Pomiar należy wykonać metodą różnicową, oznaczając absorbancję próbki badanej w stosunku do próbki odnośnikowej i absorbancję próbki wzorcowej w stosunku do próbki odnośnikowej.

7. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość fluoru (X) w badanej paście obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{A_1 \cdot V \cdot 0,0002714 \cdot 100}{A_0 \cdot m}$$

w którym:

A_1 - wartość absorbancji próbki badanej,

V - objętość roztworu wzorcowego zużytego do pomiaru, cm^3 ,

A_0 - wartość absorbancji próbki wzorcowej,

m - odważka pasty, g.

0,0002714 - przelicznik liczbowy odpowiadający zawartości fluoru w 1 cm^3 roztworu wzorcowego.

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

K C N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Fabryka Kosmetyków POLLENA-LECHIA, Poznań.

2. Autorzy projektu normy - mgr Krystyna Chrzanowska, Jacek Małanowski, dr Zygmunt Stachowiak - Fabryka Kosmetyków POLLENA-LECHIA, Poznań.