wycof 1.01.88 10/87 p. 25 6114

ob. 87/6146-01/08

UKD 668.583.44.001.4 SWW 1324-113

WYROBY KOSMETYCZNE I PERFUMERYJNE	NORMA BRANŻOWA Pasta do zębów **Oznaczanie zawartości fosforanów**	**BN-74** **6146-01** Arkusz 08 Grupa katalogowa XIV 16

1. Zakres stosowania metody. Metoda ta jest stosowana do oznaczania zawartości fosforanów (w przeliczeniu na P_2O_5) w pastach do zębów zawierających jako jeden ze składników fosforan wapniowy ($CaHPO_4 \cdot 2H_2O$).

2. Zasada metody. Oznaczanie polega na zmineralizowaniu próbki pasty do zębów, następnie zhydrolizowaniu fosforanu dwuwapniowego, oddzieleniu jonów wapnia na kolumnie z jonowymiennikiem i oznaczeniu metodą potencjometryczną pozostałego w roztworze kwasu ortofosforowego.

3. Przyrządy

Kolumna szklana o średnicy 1,2 cm i wysokości nie mniejszej niż 25 cm.

4. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny (1,19) cz.d.a. oraz roztwór około 0,5n.

b) Orto-fosforan jednopotasowy bezwodny (KH_2PO_4) cz.d.a., wysuszony do stałej masy w temperaturze 105°C.

c) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwory:

-10n,

- około 0,1n wolny od CO_2 przygotowany wg PN-58/C-06500 2.2.35.

5. Wykonanie oznaczania. W zależności od zawartości P_2O_5 do tygla porcelanowego odważyć z dokładnością do 0,0002 g następujące ilości (X), obliczone w gramach wg wzoru

$$X = \frac{8,5}{a}$$

w którym:

a - zawartość P_2O_5 w paście określona w normie przedmiotowej, %,

8,5 - współczynnik.

Pastę w tyglu wysuszyć w suszarce w temperaturze 60° ÷ 80°C, a następnie prażyć w piecu, w temperaturze 500°C przez 2 godz. Suchą pozostałość w tyglu zwilżyć kilkoma kroplami kwasu solnego (1,19) i przenieść mieszaninę ilościowo pięcioma porcjami, po 5 cm^3 gorącej wody do zlewki pojemności 100 cm^3. Do mieszaniny w zlewce ponownie dodawać kroplami kwasu solnego (1,19) do całkowitego rozpuszczenia się osadu i ogrzewać przy lekkim wrzeniu na łaźni wodnej przez 15 min. Gorący roztwór przesączyć przez twardy sączek bibułowy, przemyć zlewkę oraz sączek gorącą wodą. Przesącz i popłuczyny zebrać w zlewce pojemności 250 cm^3. Objętość powinna wynosić około 70 cm^3.

Roztwór w zlewce ochłodzić i mieszając dodawać kroplami 10n roztwór wodorotlenku sodowego, do pojawienia się pierwszego trwałego zmętnienia, które usunąć następnie kilkoma kroplami 0,5n kwasu solnego. Tak przygotowany roztwór przepuścić przez kolumnę z wymiennikiem jonowym. Roztwór z kolumny zebrać do zlewki pojemności 400 cm^3. Kolumnę przepłukać sześciokrotnie, porcjami po 25 cm^3 wody, dołączając popłuczyny do roztworu. Roztwory należy przepuszczać przez kolumnę z szybkością 30 ÷ 40 kropli na minutę, pH roztworu doprowadzić do 4,1 i miareczkować pod pehametrem, 0,1n roztworem wodorotlenku sodowego wg 5c) do uzyskania pH 8,8. Następnie do drugiej zlewki pojemności 250 cm^3 odważyć 0,35 g ortofosforanu jednopotasowego, z dokładnością do 0,0002 g, dodać 50 cm^3 wody i kroplami 0,5n kwasu solnego, do pH 4,1. Tak przygotowany roztwór miareczkować pod pehametrem 0,1n roztworem wodorotlenku sodowego wg 5 c) do uzyskania pH 8,8.

6. Obliczanie wyników. Zawartość fosforanów w badanej próbce w przeliczeniu na P_2O_5 (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{25,16 \cdot V_1 \cdot m_1}{m \cdot V_2}$$

w którym:

V_1 - objętość 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego, zużytego do zmiareczkowania badanej próbki, cm^3,

m_1 - masa orto-fosforanu jednopotasowego, g,

m - odważka badanej pasty, g,

V_2 - objętość 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do zmiareczkowania roztworu orto-fosforanu jednopotasowego, cm^3,

52,16 - współczynnik przeliczeniowy.

7. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równolegle wykonanych oznaczań, różniących się między sobą nie nie więcej niż 0,5.

K O N I E C

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Chemii Gospodarczej POLLENA dnia 28 lutego 1974 r. jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą od dnia 1 października 1974 r. (Dz. Norm. i Miar nr 17/1974 poz. 57)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE 1974. Wpływ do WN 7.3.74. Oddano do składu 10.4.74. Druk ukończono w lipcu 74. Obj. 0,20a. w. Nakład 1300+50 egz. Zam. 1183/74 Cena zł 1,20

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Zjednoczenie Przemysłu Chemii Gospodarczej POLLENA.

2. Normy i dokumenty związane

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrów i nefelometrii

3. Autorzy projektu normy: mgr Leszek Kuśnierkiewicz, mgr Zygmunt Stachowiak i mgr Alicja Żarnowska - Fabryka Kosmetyków POLLENA-LECHIA Poznań.