

WYROBY KOSMETYCZNE I PERFUMERYJNE	NORMA BRANŻOWA	<b>BN-74</b> <hr/> <b>6140-08</b> Arkusz 07
	<b>Szampony do włosów</b> <b>Metody badań</b> <b>Oznaczanie substancji niejonowych</b>	
	Grupa katalogowa XIV 19	

**1. Przedmiot arkusza normy.** Przedmiotem arkusza jest metoda oznaczania substancji niejonowych w płynnych szamponach do włosów. Norma nie dotyczy szamponów barwiących i mydlanych.

**2. Zasada metody.** Metoda polega na wagowym oznaczeniu substancji niejonowych zawartych w szamponach do włosów po uprzednim oddzieleniu na kolumnach jonitowych jonowych związków powierzchniowo czynnych.

### 3. Aparatura, przyrządy i materiały

- a) Chłodnica zwrotna długości 100 cm.
- b) Kolby stożkowe o pojemności: 300 cm<sup>3</sup>, 150 cm<sup>3</sup>.
- c) Kolumny szklane o średnicy 2,0 cm i wysokości 30 cm.
- d) Lejki szklane o średnicy 10 cm.
- e) Łaźnia wodna elektryczna.
- f) Suszarka laboratoryjna elektryczna.
- g) Zlewki o pojemności 250 cm<sup>3</sup>.

### 4. Odczynniki i roztwory

- a) Anionit silnie zasadowy — Amberlit 400 lub Dowex 21 K w formie hydroksylowej.
- b) Chlorek metylenu cz.d.a.
- c) Kationit silnie kwaśny — Amberlit IR-120 lub Dowex 50 w formie wodorowej.
- d) Kwas solny cz.d.a., roztwór 5-procentowy.
- e) Metanol cz.d.a.
- f) Mieszanina metanolu z chlorkiem metylenu w stosunku 4 : 1, w % objętościowych.
- g) Wodorotlenek sodu cz.d.a. roztwór 5-procentowy.

### 5. Przygotowanie kolumn jonitowych

a) **Przygotowanie kolumny z kationitem.** 200 g kationitu odważyć do zlewki o pojemności 500 cm<sup>3</sup>, dodać 250 cm<sup>3</sup> wody destylowanej i pozostawić na 24 godz do napęcznienia.

Na dno kolumny włożyć trochę waty szklanej, następnie kolumnę napełnić napęczniałym kationitem do wysokości 15 cm.

Jonit należy ułożyć w taki sposób aby nie było pęcherzyków powietrza w kolumnie. Następnie przepuszczać przez kolumnę 5-procentowy kwas solny z szybkością 100 cm<sup>3</sup>/godz, tak długo aż stężenie kwasu wypływające z kolumny będzie równe stężeniu kwasu wpływającego na kolumnę.

Po tej operacji kationit przemyć wodą destylowaną do reakcji obojętnej, a następnie trzykrotnie 50 cm<sup>3</sup> mieszaniny metanolu z chlorkiem metylenu.

Należy zwracać uwagę aby jonity były pokryte cieczą, ponieważ pęcherzyki powietrza utrudniają przepływ cieczy przez kolumnę oraz zmniejszają zdolność wymienną jonitu.

b) **Przygotowanie kolumny z anionitem.** 200 g anionitu odważyć do zlewki o pojemności 500 cm<sup>3</sup>, dodać 250 cm<sup>3</sup> wody destylowanej i pozostawić na 24 godz do napęcznienia.

Napełnianie kolumny wykonać wg 5.1. Następnie przepuszczać przez kolumnę 5-procentowy wodorotlenek sodu z szybkością 100 cm<sup>3</sup>/godz do chwili aż stężenie wodorotlenku wypływającego z kolumny osiągnie stężenie wodorotlenku wpływającego na kolumnę.

Z kolei anionit przemyć wodą destylowaną do reakcji obojętnej, a następnie trzykrotnie 50 cm<sup>3</sup> mieszaniny metanolu z chlorkiem metylenu.

Należy zwracać uwagę aby jonity były pokryte cieczą, ponieważ pęcherzyki powietrza utrudniają przepływ cieczy przez kolumnę oraz zmniejszają zdolność wymienną jonitu.

**6. Regeneracja kolumn.** Po każdym oznaczaniu należy przeprowadzać regenerację kolumn.

a) **Regeneracja kolumny z kationitem.** Przez kolumnę przepuszczać 5-procentowy kwas solny z szybkością 100 cm<sup>3</sup>/godz 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 jonit pokryty całkowicie wodą destylowaną.

Zgłoszona przez Zakład Doświadczalny Chemii Gospodarczej POLLENA  
 Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Chemii Gospodarczej POLLENA  
 dnia 30 listopada 1974 r. jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą od dnia  
 1 lipca 1975 r. (Dz. Norm. i Miar nr 2/1975 poz. 4)

**b) Regeneracja kolumny z anionitem.** Przez kolumnę przepuszczać 5-procentowy wodorotlenek sodowy z szybkością 100 cm<sup>3</sup>/godz do chwili aż stężenie wodorotlenku wypływającego z kolumny będzie równe stężeniu wodorotlenku wpływającego na kolumnę. Następnie anionit przemyć wodą destylowaną do reakcji obojętnej i pozostawić jonit pokryty całkowicie wodą destylowaną.

**7. Przygotowanie próbki do badań.** Próbkę badanego szamponu odważyć w kolbie stożkowej o pojemności 150 cm<sup>3</sup> z dokładnością do 0,005 g w takiej ilości aby zawierała ona 0,5—1 g substancji niejonowej. Następnie dodać 50 cm<sup>3</sup> metanolu i ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej pod chłodnicą zwrotną około 10 min.

Roztwór alkoholowy przesączyć przez suchy sączek do suchej zlewki o pojemności 250 cm<sup>3</sup>.

**8. Wykonanie oznaczenia.** Przygotowaną próbkę wg 6 wlać do kolumny z kationitem. Szybkość przepływu 100 cm<sup>3</sup>/godz. Roztwór otrzymany z kolumny kationitowej przepuścić następnie przez kolumnę anionitową.

Roztwór otrzymany z kolumny anionitowej zebrać do kolby stożkowej o pojemności 300 cm<sup>3</sup>.

Następnie kolumny przemyć 500 cm<sup>3</sup> mieszaniny metanolu z chlorkiem metylenu z szybkością około 120 cm<sup>3</sup>/godz.

Z otrzymanego roztworu zebranego do kolby stożkowej oddestylować rozpuszczalnik.

Kolbę z pozostałością suszyć w suszarce w temperaturze 80°C. Co dwie godz kolbę wyjmować z suszarki, studzić w eksykatorze przez 30 min i ważyć. Czynność tę powtarzać do czasu osiągnięcia różnicy między kolejnymi ważeniami 0,001 g.

**9. Obliczanie wyniku oznaczenia.** Zawartość substancji niejonowej (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{a \cdot 100}{m}$$

w którym:

*a* — pozostałość po suszeniu, g,  
*m* — masa badanej próbki, g.

**10. Wynik końcowy oznaczenia.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej trzech oznaczeń różniących się między sobą wartością liczbową nie większą niż 0,1.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE

**1. Instytucja opracowująca normę** — Instytut Chemii Przemysłowej.

**2. Autorzy projektu normy** — mgr inż. Gizela Wilczek, dr Lechosław Boliński, mgr Alicja Bałdyga.