

СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ	СТАНДАРТ СЭВ	СТ СЭВ 2542—80
	ШАМПУНИ ДЛЯ МЫТЬЯ ВОЛОС И ВАНН	
	Метод определения массовой доли поверхностно-активного вещества	Группа Р16

Настоящий стандарт СЭВ распространяется на шампуни для мытья волос и ванн и устанавливает метод определения массовой доли поверхностно-активных веществ, растворимых в этиловом спирте, а также анионоактивных, катионоактивных и неионогенных веществ. Стандарт СЭВ не распространяется на красящие мыльные шампуни.

1. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ, РАСТВОРИМЫХ В ЭТИЛОВОМ СПИРТЕ

1.1. Сущность метода

Метод заключается в экстрагировании органических веществ этиловым спиртом с последующей отгонкой растворителя и взвешиванием остатка.

1.2. Пробы

Для проведения испытаний отбирают не менее 9 единиц упаковок. Содержимое отобранных упаковок объединяют, тщательно перемешивают и сокращают до получения средней пробы массой 1 kg.

Полученную среднюю пробу помещают в чистую сухую стеклянную банку с притертой пробкой или в другую герметически закрывающуюся емкость. На банку со средней пробой наклеивают этикетку с указанием:

- 1) наименования шампуня;
- 2) наименования предприятия-изготовителя или его товарного знака;
- 3) обозначения настоящего стандарта СЭВ;
- 4) даты выпуска;
- 5) номера партии;
- 6) даты и места отбора проб.

1.3. Аппаратура, материалы, реактивы и растворы

Для проведения определения применяют:

- 1) шкаф сушильный, обеспечивающий регулирование температуры $(80 \pm 5)^\circ\text{C}$;
- 2) баню водяную;
- 3) весы лабораторные с погрешностью взвешивания 0,0002 g;
- 4) стакан химический вместимостью 250 см³;
- 5) колбу коническую вместимостью 200 см³;
- 6) фильтры бумажные плотные;
- 7) спирт этиловый абсолютный, ч. д. а.;
- 8) натрий сернокислый безводный, ч. д. а.;
- 9) воду дистиллированную по СТ СЭВ 435—75.

1.4. Проведение определения

5 g испытуемого шампуня, взвешенного с погрешностью до 0,0002 g, помещают в химический стакан вместимостью 250 см³ и экстрагируют порциями горячего этилового спирта 60°C 1 раз 50 см³ и дважды по 25 см³.

Экстракт фильтруют с безводным сульфатом натрия в коническую колбу вместимостью 200 см³, предварительно высушенную при температуре 80°C, отгоняют растворитель, осадок в колбе высушивают при температуре 80°C. Через каждые 2 h колбу вынимают из сушильного шкафа, охлаждают в течение 30 min в эксикаторе и взвешивают, повторяя эту операцию до тех пор, пока расхождение между двумя последующими взвешиваниями не будет превышать 0,001 g.

1.5. Обработка результатов

Массовую долю веществ, растворимых в спирте (X_1), в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \quad (1)$$

где m — масса сухого остатка, g;

m_1 — масса навески пробы, g.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение результатов не менее трех определений, расхождение между которыми не превышает 1% абс.

2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ АНИОНОАКТИВНОГО ВЕЩЕСТВА

2.1. Сущность метода

Метод заключается в двухфазном титровании пробы анионоактивного вещества в присутствии смешанного раствора димидий-бромиды и дисульфидинового голубого в качестве индикатора.

2.2. П р о б а

Отбор и подготовка проб — по п. 1.2.

2.3. А п п а р а т у р а

Для проведения определения применяют:

- 1) цилиндр мерный с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см³;
- 2) бюретку вместимостью 25 см³;
- 3) холодильник обратный;
- 4) колбы мерные вместимостью 100, 500 и 1000 см³;
- 5) колбу коническую вместимостью 100 см³;
- 6) пипетку градуированную вместимостью 25 см³;
- 7) колбу круглодонную вместимостью 250 см³.

2.4. Р е а к т и в ы и р а с т в о р ы

Для проведения определения применяют:

- 1) спирт этиловый, 10%-ный раствор;
- 2) красители: дисульфидный голубой и димидий-бромид;
- 3) хлороформ, ч. д. а.;
- 4) гиамин 1622 (моногидрат хлористого бензилдиметил-2-(2-р) 1,1,3,3-тетраметилэтил (фенокси-этокси)-этиламмония) М.м. 466,0, 0,004 mol/l, стандартный раствор; готовят следующим образом: 1,864 г гиамина 1622 растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³, доводят до метки и тщательно перемешивают (раствор устойчив) или

стеринол (бромистый диметиллаурилбензиламмоний М.м. 386,0. Раствор 0,004 mol/l; готовят следующим образом: отвешивают с погрешностью до 0,0002 г 1,535 г стерина, растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют до метки и тщательно перемешивают или септонекс (N-1-альфа карботоксиментадецил 1-триметиламмоний) бромид М.м. 422,5.

Раствор 0,004 mol/l; готовят следующим образом: отвешивают с погрешностью до 0,0005 г 1,69 г септонекса, растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют воды до метки и тщательно перемешивают;

5) фенолфталеин, 1%-ный раствор; готовят следующим образом: растворяют 1 г фенолфталеина в 50 см³ этилового 96%-ного спирта, а затем при перемешивании добавляют 50 см³ воды. Если образуется осадок, раствор профильтровывают;

- 6) серную кислоту, ч. д. а., растворы 0,5 и 2,5 mol/l;
- 7) тетрапропиленбензолсульфонат натрия, 5%-ный эталонный раствор, М.м. 348,5. Специально очищенный. Рас-

твор 0,004 mol/l; готовят следующим образом: отвешивают с погрешностью до 0,0002 g 1,394 g тетрапропиленбензолсульфоната натрия, растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу 1000 см³, добавляют воды до метки и тщательно перемешивают или

лаурилсульфат натрия (натрия додецилсульфат), специально очищенный, М.м. 288,4.

Раствор 0,004 mol/l лаурилсульфата натрия готовят следующим образом: отвешивают с погрешностью до 0,0002 g 1,14—1,16 g лаурилсульфата и растворяют в дистиллированной воде. Количественно раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют воды до метки и тщательно перемешивают;

8) гидроокись натрия, ч. д. а., растворы 1 и 5 mol/l;

9) основной индикатор — водно-спиртовой раствор бромистого димидия (бромистый 3,8-диамин-5-метил-6-фенилфенантрин) и дисульфинового голубого (двунатриевая соль 2,4-дисульфо-4', 4''-диаминдиэтилтрифенилметана). В случае отсутствия эталонного основного индикатора его можно приготовить следующим образом: растворить 0,2 g бромистого димидия и 0,1 g дисульфинового голубого, каждый в отдельности в 10—20 см³ теплого 10%-ного раствора этилового спирта, смешать их, перенести в мерную колбу вместимостью 100 см³ и добавить до метки 10%-ный этиловый спирт;

10) индикатор смешанный — кислый раствор, приготовленный следующим образом: отмеряют 20 см³ основного индикатора и смешивают в мерной колбе вместимостью 500 см³ с 200 см³ дистиллированной воды. Добавляют 20 см³ 2,5 mol/l серной кислоты, доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

2.5. Подготовка к проведению определения

Установка титра растворов гиамина 1622 или стеринала и септонека. 20 см³ раствора тетрапропиленбензолсульфоната натрия или 20 см³ раствора лаурилсульфата натрия помещают в мерный цилиндр с пришлифованной пробкой, добавляют 10 см³ дистиллированной воды, 15 см³ хлороформа и 10 см³ смешанного индикатора и титруют раствором гиамина 1622 или стеринала, или септонека, встряхивая цилиндр после каждого добавления титрующего реактива.

В конце титрования реактив следует добавлять по каплям. Титрование продолжают до полного перехода розовой окраски в серую. При избытке титрующего реактива хлороформный слой окрашивается в синий цвет.

Поправочный коэффициент раствора (f) рассчитывают по формуле

$$f = \frac{X_2 \cdot m \cdot 125}{b \cdot M}, \quad (2)$$

где X_2 — массовая доля анионоактивного вещества в растворе, %;

m — масса навески стандартного раствора, g;

b — количество раствора гиамина 1622, или стерина, или септонекса, израсходованного для титрования, g;

M — молярная масса тетрапропиленбензолсульфоната натрия или лаурилсульфата натрия, g/mol;

125 — поправочный коэффициент.

Рекомендуется рассчитывать среднее значение по трем определениям, не принимая во внимание результат первого титрования.

2.6. Проведение определения

В химическом стакане вместимостью 50 см³ отвешивают с погрешностью до 0,001 g пробу исследуемого шампуня массой, соответствующей 1 g 100%-ного анионоактивного вещества. Пробу растворяют в дистиллированной воде. Добавляют 5 капель 1%-ного раствора фенолфталеина и при необходимости нейтрализуют 1 mol/l раствором гидроокиси натрия или 0,5 mol/l раствором серной кислоты до слабо-розовой окраски. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают. Отмеряют пипеткой 20 см³ приготовленного раствора в мерный цилиндр с пришлифованной пробкой, добавляют 10 см³ дистиллированной воды, 15 см³ хлороформа и 10 см³ смешанного индикатора и титруют раствором гиамина 1622, или стерина, или септонекса. Вблизи конечной точки титрования эмульсия, которая образуется в ходе титрования, при встряхивании легко разбивается. Конец титрования определяют по исчезновению розовой окраски нижнего слоя хлороформа и появлению в нем серо-синей окраски.

2.7. Обработка результатов

Массовую долю анионоактивного вещества (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V \cdot f \cdot M}{m \cdot 125}, \quad (3)$$

где V — объем раствора гиамина 1622, стерина или септонекса;

f — поправочный коэффициент раствора гиамина 1622, стерина или септонека;

M — молекулярная масса анионоактивного вещества, g/mol;

m — масса навески исследуемого шампуня, g;

125 — поправочный коэффициент.

Допускаемая разница между результатами двух определений не должна превышать 3,0% среднего значения.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение согласно п. 2.5.

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ КАТИОНОАКТИВНОГО ВЕЩЕСТВА

3.1. Сущность метода

Метод заключается в титровании пробы катионоактивного вещества в присутствии дисульфидного голубого в качестве индикатора.

3.2. Пробы

Отбор и подготовка проб — по п. 1.2.

3.3. Аппаратура — по п. 2.3.

3.4. Реактивы и растворы — по п. 2.4.

3.5. Проведение определения

1 g испытуемого шампуня в пересчете на 100%-ное активное вещество взвешивают с погрешностью не более 0,0002 g, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Отбирают пипеткой 20 см³ этого раствора в мерный цилиндр, добавляют 10 см³ дистиллированной воды, 15 см³ хлороформа и 10 см³ кислого индикатора и титруют раствором тетрапропиленбензолсульфоната натрия или лаурилсульфата натрия, добавляя его порциями по 1 см³ и энергично перемешивая после добавления каждой порции. В конце титрования реактив следует добавлять по каплям.

Титрование продолжают до полного исчезновения синей окраски. При избытке титрующего реактива хлороформный слой приобретает розовый цвет.

3.6. Обработка результатов

Массовую долю катионоактивного вещества (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{V \cdot f \cdot M}{m \cdot 125}, \quad (4)$$

где f — поправочный коэффициент тетрапропиленбензолсульфоната или аурисульфата натрия;

V — объем раствора тетрапропиленбензолсульфоната натрия или лаурилсульфата натрия, cm^3 ;

m — масса навески испытуемого шампуня, g ;

M — молекулярная масса катионоактивного вещества, g/mol ;

125 — поправочный коэффициент.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение результатов не менее трех параллельных определений, расхождение между которыми не превышает 1% абс.

4. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ НЕИОНОГЕННЫХ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ

Массовую долю неионогенных поверхностно-активных веществ (X_4) в процентах определяют по разности между результатами определений по пп. 1.5, 2.6 и 3.6 по следующим формулам:

$$X_4 = X_1 - X_2 \text{ или} \quad (5)$$

$$X_4 = X_1 - X_3, \quad (6)$$

где X_1 — массовая доля поверхностно-активных веществ, растворимых в этиловом спирте, %;

X_2 — массовая доля анионоактивных веществ, %;

X_3 — массовая доля катионоактивных веществ, %.

К о н е ц

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. Автор—делегация ПНР в Постоянной Комиссии по сотрудничеству в области химической промышленности.

2. Тема — 14.550.15—78

3. Стандарт СЭВ утвержден на 48-м заседании ПКС.

4. Сроки начала применения стандарта СЭВ:

Страны—члены СЭВ	Срок начала применения стандарта СЭВ в договорно-правовых отношениях по экономическому и научно-техническому сотрудничеству	Срок начала применения стандарта СЭВ в народном хозяйстве
НРБ	Январь 1984 г.	Январь 1984 г.
ВНР	Январь 1984 г.	Январь 1984 г.
ГДР	—	—
Республика Куба		
МНР		
ПНР	Январь 1982 г.	Январь 1982 г.
СРР	—	—
СССР	Январь 1984 г.	Январь 1984 г.
ЧССР	Январь 1984 г.	Январь 1984 г.

5. Срок первой проверки — 1989 г., периодичность проверки — 5 лет.