УДК 661.185.001.4

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:

Настоящий стандарт СЭВ является обязательным в рамках Конвенции

gost.e-ecolog.ru

1) шкаф сушильный, обеспечивающий регулирование температуры (80±5)°С;
2) баню водяную;
3) весы лабораторные с погрешностью взвешивания 0,0002 g;
4) стакан химический вместимостью 250 cm^3;
5) колбу коническую вместимостью 200 cm^3;
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 cm^3 и экстрагируют порциями горячего этилового спирта 60°С 1 раз 50 cm^3 и дважды по 25 cm^3.

Экстракт фильтруют с безводным сульфатом натрия в коническую колбу вместимостью 200 cm^3, предварительно высушенную при температуре 80°С, отгоняют растворитель, осадок в колбе высушивают при температуре 80°С. 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

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

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-бромида и дисульфинового голубого в качестве индикатора.

2.2. Проба

Отбор и подготовка проб — по п. 1.2.

2.3. Аппаратура

Для проведения определения применяют:

1) цилиндр мерный с пришлифованной пробкой вместимостью 100 $см^3$;

2) бюретку вместимостью 25 $см^3$;

3) холодильник обратный;

4) колбы мерные вместимостью 100, 500 и 1000 $см^3$;

5) колбу коническую вместимостью 100 $см^3$;

6) пипетку градуированную вместимостью 25 $см^3$;

7) колбу круглодонную вместимостью 250 $см^3$.

2.4. Реактивы и растворы

Для проведения определения применяют:

1) спирт этиловый, 10%-ный раствор;

2) красители: дисульфиновый голубой и димидий-бромид;

3) хлороформ, ч. д. а.;

4) гиамин 1622 (моногидрат хлористого бензилдиметил-2-(2-р) 1,1,3,3-тетраметиленбутил (фенокси-этокси)-этиламмония) М.м. 466,0, 0,004 mol/l, стандартный раствор; готовят следующим образом: 1,864 g гиамина 1622 растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$, 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 g 1,535 g стеринола, растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, добавляют до метки и тщательно перемешивают или септонекс (N-1альфа карботоксиментадецил 1-триметиламмоний) бромид М.м. 422,5.

Раствор 0,004 mol/l; готовят следующим образом: отвешивают с погрешностью до 0,0005 g 1,69 g септонекса, растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, добавляют воды до метки и тщательно перемешивают;

5) фенолфталеин, 1%-ный раствор; готовят следующим образом: растворяют 1 g фенолфталеина в 50 $см^3$ этилового 96%-ного спирта, а затем при перемешивании добавляют 50 $см^3$ 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 cm^3, 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 cm^3, 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-фенилфенантредин) 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 cm^3 теплого 10%-ного раствора этилового спирта, смешать их, перенести в мерную колбу вместимостью 100 cm^3 и добавить до метки 10%-ный этиловый спирт;

10) индикатор смешанный — кислый раствор, приготовленный следующим образом: отмеряют 20 cm^3 основного индикатора и смешивают в мерной колбе вместимостью 500 cm^3 с 200 cm^3 дистиллированной воды. Добавляют 20 cm^3 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 стеринола и септонекса. 20 cm^3 раствора тетрапропиленбензолсульфоната натрия или 20 cm^3 раствора лаурилсульфата натрия помещают в мерный цилиндр с пришлифованной пробкой, добавляют 10 cm^3 дистиллированной воды, 15 cm^3 хлороформа и 10 cm^3 смешанного индикатора и титруют раствором гиамина 1622 или стеринола, или септонекса, 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

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

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

m — масса навески стандартного раствора, g;

b — *количество раствора гиамина* 1622, или стеринола, 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 cm³ 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 cm³, доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают. Отмеряют пипеткой 20 cm³ приготовленного раствора в мерный цилиндр с пришлифованной пробкой, добавляют 10 cm³ дистиллированной воды, 15 cm³ хлороформа и 10 cm³ смешанного индикатора и титруют раствором гиамина 1622, или стеринола, 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

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

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

f — поправочный коэффициент раствора гиамина 1622, стеринола или септонекса;

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 дисульфинового 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 cm^3, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Отбирают пипеткой 20 cm^3 этого раствора в мерный цилиндр, добавляют 10 cm^3 дистиллированной воды, 15 cm^3 хлороформа и 10 cm^3 кислого индикатора и титруют раствором тетрапропиленбензолсульфоната натрия или лаурилсульфата натрия, добавляя его порциями по 1 cm^3 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

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

где f — поправочный коэффициент тетрапропиленбензолсульфоната или аурилсульфата 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:

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

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

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

X_2 — массовая доля анионоактивных веществ, %;

X_3 — массовая доля катионоактивных веществ, %.

Конец

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.

gost.e-ecolog.ru