

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

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 ПОВЕРХНО- 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 см<sup>3</sup>;
- 5) колбу коническую вместимостью 200 см<sup>3</sup>;
- 6) фильтры бумажные плотные;
- 7) спирт этиловый абсолютный, ч. д. а.;
- 8) натрий серноокислый 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 см<sup>3</sup> и экстрагируют порциями горячего этилового спирта 60°C 1 раз 50 см<sup>3</sup> и дважды по 25 см<sup>3</sup>.

Экстракт фильтруют с безводным сульфатом натрия в коническую колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, 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

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

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-бромид 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 шлифованной пробкой вместимостью 100 см<sup>3</sup>;
- 2) бюретку вместимостью 25 см<sup>3</sup>;
- 3) холодильник обратный;
- 4) колбы мерные вместимостью 100, 500 и 1000 см<sup>3</sup>;
- 5) колбу коническую вместимостью 100 см<sup>3</sup>;
- 6) пипетку градуированную вместимостью 25 см<sup>3</sup>;
- 7) колбу круглодонную вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

## 2.4. Реактивы и растворы

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)-этиламиния) 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 см<sup>3</sup>, 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 стеринола, растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, 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 г 1,69 г септонекса, растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, добавляют воды до метки и тщательно перемешивают;

5) фенолфталеин, 1%-ный раствор; готовят следующим образом: растворяют 1 г фенолфталеина в 50 см<sup>3</sup> этилового 96%-ного спирта, а затем при перемешивании добавляют 50 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup>, 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-фенилфенантретрин) и дисульфинового голубого (двунариевая 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 см<sup>3</sup> теплого 10%-ного раствора этилового спирта, смешать их, перенести в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и добавить до метки 10%-ный этиловый спирт;

10) индикатор смешанный — кислый раствор, приготовленный следующим образом: отмеряют 20 см<sup>3</sup> основного индикатора и смешивают в мерной колбе вместимостью 500 см<sup>3</sup> с 200 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Добавляют 20 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора тетрапропиленбензолсульфоната натрия или 20 см<sup>3</sup> раствора лаурилсульфата натрия помещают в мерный цилиндр с шлифованной пробкой, добавляют 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 15 см<sup>3</sup> хлороформа и 10 см<sup>3</sup> 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

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

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

$m$  — масса навески стандартного раствора, г;

$b$  — количество раствора гиамина 1622, или стеринола, или септонекса, израсходованного для титрования, г;

$M$  — 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 см<sup>3</sup> отвешивают с погрешностью до 0,001 г пробу исследуемого шампуня массой, соответствующей 1 г 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 см<sup>3</sup>, доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают. Отмеряют пипеткой 20 см<sup>3</sup> приготовленного раствора в мерный цилиндр с шлифованной пробкой, добавляют 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 15 см<sup>3</sup> хлороформа и 10 см<sup>3</sup> 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

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

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

$f$  — поправочный коэффициент раствора гиамина 1622, стерина 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 см<sup>3</sup>, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Обтирают пипеткой 20 см<sup>3</sup> этого раствора в мерный цилиндр, добавляют 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 15 см<sup>3</sup> хлороформа и 10 см<sup>3</sup> кислого индикатора и титруют раствором тетрапропиленбензолсульфоната натрия или лаурилсульфата натрия, добавляя его порциями по 1 см<sup>3</sup> 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 аурилсульфата натрия;

$V$  — объем раствора тетрапропиленбензолсульфоната натрия или лаурилсульфата натрия,  $\text{cm}^3$ ;

$m$  — масса навески испытуемого шампуня,  $\text{g}$ ;

$M$  — молекулярная масса катионоактивного вещества,  $\text{g/mol}$ ;

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.