

PLAN BADANIA MIĘDZYLABORATORYJNEGO  
Badania fizykochemiczne wyrobów chemii gospodarczej.

1. Organizator	Klub Polskich Laboratoriów Badawczych POLLAB Sekcja POLLAB-CHEM/ EURACHEM-PL.
2. Koordynator	Specjalistyczne Laboratorium Badawcze „ITA-TEST” 01-424 Warszawa, ul. Obozowa 82A paw. 1
3. Osoba odpowiedzialna za projekt i koordynację	Alicja Niesłuchowska
4. Osoba odpowiedzialna za statystyczną ocenę wyników	Alicja Niesłuchowska
5. Cel i charakter badania międzylaboratoryjnego	Celem organizowanego badania jest potwierdzenie kompetencji technicznych personelu laboratoriów uczestniczących w porównaniu.
6. Uczestnicy badania porównawczego	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Specjalistyczne Laboratorium Badawcze ITA-TEST, 01-434 Warszawa ul. Obozowa 82a paw.1</li> <li>2. Urząd Ochrony Konkurencji i konsumentów. Specjalistyczne laboratorium badania paliw i produktów chemii gospodarczej. 85-605 Bydgoszcz, ul. Kasztanowa 57</li> <li>3. TUV Rheinland Polska Sp. z o.o. 02-146 Warszawa, ul. 17 Stycznia 56</li> <li>4. Laboratorium SGS Polska, Pracownia Analiz Produktów Konsumenckich i Materiałów Przemysłowych. 05-850 Ożarów Mazowiecki, ul. Konotopska 4.</li> <li>5. Kosmet Rokita Sp. z o.o., 56-120 Brzeg Dolny, ul. Sienkiewicza 4</li> </ol>
7. Materiał do badań	Środek do czyszczenia na bazie wodorotlenku sodu. Odpłamiacz zawierający związki tlenu. Wybielacz zawierający związki chloru..
8. Termin przesłania próbek do uczestników	22.10.2012 r.
9. Termin przesłania wyników do koordynatora badań	31.10.2012 r.
10. Termin przesłania raportu końcowego	22.11.2012 r.
11. Zakres i metody badań	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Środek do czyszczenia na bazie wodorotlenku sodu– oznaczenie zawartości wodorotlenku sodu – metoda własna – zmodyfikowana BN-88/6069-28 „Środki powierzchniowo czynne. Metody badań. Oznaczanie alkaliczności metodą miareczkową.” – zasada metody zał. 1. do Planu Badania.</li> <li>2. Odpłamiacz zawierający związki tlenu – oznaczanie zawartości aktywnego tlenu -metoda własna- w oparciu o PN-88/C-84002/02 „Środki do prania i mycia. Proszki do prania. Oznaczanie zawartości aktywnego tlenu.” - zasada metody zał. 2. do Planu Badania.</li> <li>3. Wybielacz zawierający związki chloru – oznaczanie zawartości wolnego chloru metoda własna- w oparciu o BN-87/6016-53 „Podchloryn sodowy techniczny” zasada metody zał. 3. do Planu Badania.</li> </ol>

12. Próbki do badań	Próbki handlowe wyrobów do czyszczenia oraz wybielaczy ujednolicone w laboratorium koordynatora, zakodowane i przesłane w ilości po 250 ml dla każdego z laboratoriów uczestniczących.
13. Koszt badań	<b>300,00 PLN +23% VAT</b> za uczestniczenie we wszystkich badaniach /po100,00 PLN + 23%VAT za każdą matrycę /.
14. Forma przedstawienia wyników	Sprawozdanie z porównań międzylaboratoryjnych w formie zgodnej z wymaganiami Procedury KPLB nr -1 wyd. aktualne, obejmujące tabelaryczne zestawienie wyników, statystyczną ocenę oraz graficzną prezentację wyników.
15. Wyposażenie pomiarowe i badawcze	Badania należy przeprowadzić z wykorzystaniem WPiB będącego w posiadaniu danego laboratorium, spełniającego wymagania normy PN-EN ISO/IEC 17025:2005 pkt. 5.5 oraz posiadającego udokumentowany status sprawdzania lub/i wzorcowania.
16. Poufność	Uzyskane wyniki badań nie będą publikowane, a wszelkie informacje uzyskane w ramach niniejszego planu są informacjami poufnymi i mogą być udostępniane jedynie osobom lub jednostkom upoważnionym.

**Środek do czyszczenia na bazie wodorotlenku sodu – oznaczenie zawartości wodorotlenku sodu – metoda własna – zmodyfikowana BN-88/6069-28 „Środki powierzchniowo czynne. Metody badań. Oznaczanie alkaliczności metodą miareczkową.”**

Metoda polega na miareczkowaniu badanej próbki kwasem solnym wobec fenoloftaleiny jako wskaźnika. PK miareczkowania ustala się wizualnie (w momencie odbarwienia roztworu).

W naczynku wagowym o pojemności 100 ml odważyć z dokładnością do 0,001 g próbkę badanego produktu o masie, w której udział wagowy produktu bezwodnego równa się ok. 10 g. Odważkę przenieść ilościowo do kolby stożkowej splukując naczynko wagowe porcjami wody destylowanej w łącznej ilości 100 ml, a dla produktu o konsystencji pasty w ilości 200 ml.

Roztwór należy dokładnie wymieszać (w celu przyspieszenia procesu rozpuszczania roztwór można podgrzać w łaźni wodnej do temperatury ok. 40°C). Po rozpuszczeniu próbki roztwór pozostawić na ok. 1 h w celu opadnięcia powstałej piany. Następnie dodać ok. 1 ml roztworu fenoloftaleiny, wymieszać i miareczkować roztworem mianowanym (0,1 molowym) roztworem kwasu solnego do zaniku barwy.

Zawartość wolnych alkaliów w przeliczeniu na wodorotlenek sodu (NaOH) obliczyć w procentach %(m/m) wg wzoru:

$$X = \frac{V}{2,5 \cdot m}$$

w którym:

$V$  – objętość kwasu solnego zużytego do miareczkowania [ml]

$m$  – masa badanej próbki

2,5 – mnożnik przeliczeniowy

Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, różniących się między sobą nie więcej niż o 0,05 wartości bezwzględnej wyniku.

**Odplamiacz zawierający związki tlenu – oznaczanie zawartości aktywnego tlenu -metoda własna- w oparciu o PN-88/C-84002/02 „Środki do prania i mycia. Proszki do prania. Oznaczanie zawartości aktywnego tlenu.”**

Metoda polega na oznaczaniu aktywnego tlenu wydzielonego w reakcji nadtlenohydratu z nadmanganianem potasu w środowisku kwaśnym.

Do kolby stożkowej należy wlać 50 ml kwasu siarkowego [ $c=0,5$  mol/l], a następnie mieszając, dodawać kroplami roztwór nadmanganianu potasu [ $c=0,02$  mol/l] do momentu pojawienia się trwałego, bladoróżowego zabarwienia.

Naważkę wyrobu badanego (od 3 do 10 g w zależności od przewidywanej ilości tlenu aktywnego) przenieść do kolby stożkowej z kwasem siarkowym .

Roztwór w kolbie stożkowej należy miareczkować mianowanym roztworem nadmanganianu potasu aż do momentu uzyskania bladoróżowego zabarwienia utrzymującego się co najmniej 15 s.

Zwartość aktywnego tlenu w badanym środku czyszczącym obliczyć w procentach  $\%(m/m)$  wg wzoru:

$$X = \frac{V \cdot C \cdot 0,08 \cdot 100}{m}$$

w którym:

$V$  – objętość nadmanganianu potasu zużytego do miareczkowania [ml]

$C$  – stężenie nadmanganianu potasu  $c(KMnO_4)$  w mol/l ,

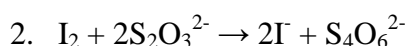
$m$  – masa badanej próbki środka czyszczącego

$0,08$  – ilość tlenu [g] odpowiadająca 1 ml nadmanganianu potasu o  $c(KMnO_4) = 0,1$  mol/l

Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 1,3% średniej arytmetycznej wszystkich uzyskanych wyników (przy zawartości tlenu aktywnego ok. 2%(m/m).

**Wybielacz zawierający związki chloru – oznaczanie zawartości wolnego chloru metoda własna- w oparciu o BN-87/6016-53 „Podchloryn sodowy techniczny”.**

Zasada oznaczenia polega na utlenieniu jodu (z roztworu jodku potasu), chlorem aktywnym zawartym w detergencie. Wydzielony jod miareczkuje się mianowanym roztworem tiosiarczanu sodu (0,1 mol/l) wobec skrobi jako wskaźnika. Odczyn kwaśny uzyskuje się dodając roztwór kwasu solnego (0,1 mol/l). Metodę jodometryczną stosuje się do oznaczania wolnego chloru pozostałego przy stężeniach powyżej 0,001 g/l Cl<sub>2</sub>. Przebieg reakcji jest następujący:



Do kolby stożkowej pojemności 250 ml odmierzyć 5 ml badanego detergentu. Następnie do kolby dodać 10 ml roztworu jodku potasu [10%] i 40 ml kwasu solnego [0,1 mol/l]. Kolbę zakorkować i dokładnie wytrząsnąć jej zawartość.

Wydzielony jod miareczkować mianowanym roztworem tiosiarczanu sodu [c=0,1 mol/l] do uzyskania słomkowej barwy. Następnie dodać ok. 3 ml roztworu skrobi [1%] i dalej zmiareczkować do zaniku granatowego zabarwienia.

**Obliczenie wyniku**

Zawartość wolnego chloru w badanym detergencie obliczyć w g/l wg wzoru:

$$X = \frac{V \cdot 0,003546}{5} \cdot 1000$$

w którym:

**V** –objętość tiosiarczanu sodu o  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$ , zużytego do miareczkowania [ml]

**0,003546** – ilość chloru [g] odpowiadająca 1 ml tiosiarczanu sodu o  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$

**5** – objętość badanego roztworu [ml],

**1000** – przelicznik objętościowy

Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 0,05 g/l.