ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ТОВАРЫ БЫТОВОЙ ХИМИИ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НЕИОНОГЕННОГО ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНОГО ВЕЩЕСТВА

Издание официальное

БЗ 9—96/368

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Техническим комитетом ТК 354 «Бытовая химия»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 29 января 1997 г. № 23

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1997

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Аппаратура, реактивы и растворы 2
4 Общие указания 3
5 Подготовка к анализу 3
6 Проведение анализа. 6
7 Обработка результатов 6
Приложение А Библиография 8

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Товары бытовой химии

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НЕИОНОГЕННОГО ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНОГО ВЕЩЕСТВА

Goods of household chemistry. Method for determination of non-ionic surface-active agent

Дата введения 1998—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на товары бытовой химии (чистящие, отбеливающие, аппретирующие, подсинивающие, пятновыводящие и дезодорирующие средства) и устанавливает метод определения массовой доли неионогенного поверхностно-активного вещества (НПАВ) и массовой доли неионогенного поверхностно-активного вещества в пересчете на оксиэтиленовые группы (ОЭГ) от 1,5 до 45,0 % включительно.

Сущность метода заключается в осаждении НПАВ в водно-спиртовой соляно-кислой среде избытком фосфорномолибденовой кислоты (ФМК) и последующем титровании ее избытка раствором диантипирилметана (ДАМ) потенциометрически с катодно-поляризованным платиновым электродом.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4108—72 Реактивы. Барий хлорид 2-водный. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 27025—86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

3 АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Иономер, обеспечивающий измерение потенциала измерительного электрода в интервале от плюс 500 до минус 500 мВ с погрешностью не более ±5 мВ на узких поддиапазонах измерений.

Электрод вспомогательный лабораторный ЭВЛ-1М3 или аналогичный.

Электрод платиновый высокотемпературный ЭПВ-1 или аналогичный.

Источник постоянного тока с напряжением на выходе 8—12 В, пульсация не более 50 мВ.

Резистор или набор резисторов (20±2) МОм.

Мешалка магнитная.

Шкаф электрический сушильный, обеспечивающий поддержание температуры 185—190 °С.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 до 250 °С и ценой деления шкалы 2 °С по ГОСТ 28498.

Часы.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Бюретка 1-2-2-5-0,02 по ГОСТ 29251.

Пипетки 2-1-2-1, 2-1-2-2, 2-2-2-5 по ГОСТ 29227.

Цилиндр 3-25-2 по ГОСТ 1770.

Стакан В-1-50 ТС по ГОСТ 25336.

Стаканчик СВ-24/10 по ГОСТ 25336.

Колбы 1-100-2, 1-500-2 по ГОСТ 1770.

Эксикатор 2-190 по ГОСТ 25336.

Вставка для эксикатора 1-175 по ГОСТ 9147.

Стекло часовое.

Кальций хлорид обезвоженный по нормативному документу [1] (приложение А), прокаленный при температуре 250—300 °С.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор молярной концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм^3 (0,5 н.), приготовленный по ГОСТ 25794.1.

Бария хлорид по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей 10 %.

Кислота фосфорномолибденовая по нормативному документу [2], раствор молярной концентрации c ($H_7[P(Mo_2O_7)_6] \cdot XH_2O$) = = 0,01 моль/дм^3 (0,01 М).

Диантипирилметан по нормативному документу [3], раствор молярной концентрации c ($C_{23}H_{24}O_2N_4$) = 0,03 моль/дм^3 (0,03 М) в растворе соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Вещество поверхностно-активное неионогенное (НПАВ), которое используют для изготовления анализируемого средства.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов, по качеству не ниже указанных.

4 ОБЩИЕ УКАЗАНИЯ

Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

5 ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

5.1 Отбор пробы — по нормативному документу на анализируемое средство.

Представительную пробу тщательно перемешивают.

5.2 Приготовление раствора фосфорномолибденовой кислоты (ФМК)

Перед приготовлением раствора определяют число молекул кристаллизационной воды в ФМК.

Стаканчик высушивают до постоянной массы при температуре 185—190 °С.

1,0000—1,5000 г ФМК взвешивают в высушенном стаканчике.

Стаканчик с навеской ФМК помещают в сушильный шкаф и высушивают навеску при температуре 185—190 °С до постоянной массы. Первое взвешивание проводят через 1 ч, последующие — через 30 мин высушивания.

Число молекул кристаллизационной воды X вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m - m_1) \cdot 1861{,}38}{m_1 \cdot 18{,}016}, \qquad (1)$$

где m — масса ФМК до высушивания, г;

m_1 — масса ФМК после высушивания, г;

1861,38 — молярная масса ФМК, г/моль;

18,016 — молярная масса воды, г/моль.

Молярную массу фосфорномолибденовой кислоты M, г/моль, рассчитывают по формуле

$$M = 1861{,}38 + X \cdot 18{,}016. \qquad (2)$$

Готовят раствор ФМК молярной концентрации c ($H_7[P(Mo_2O_7)_6] \times \times XH_2O$) = 0,01 моль/дм^3.

5.3 Приготовление раствора диантипирилметана

5,8270 г ДАМ растворяют в мерной колбе вместимостью 500 см^3 в 200—250 см^3 раствора соляной кислоты.

Объем раствора доводят раствором соляной кислоты до метки и перемешивают.

5.4 Приготовление раствора сравнения неионогенного поверхностно-активного вещества

Раствор сравнения готовят из образца НПАВ, которое было использовано для приготовления анализируемого средства.

1,0000 г НПАВ взвешивают.

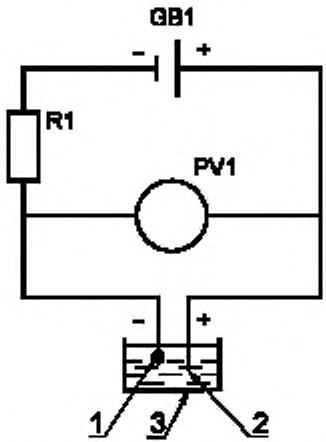
Навеску количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем водой до метки и тщательно перемешивают.

Раствор сравнения пригоден в течение 2 сут.

5.5 Подготовка установки

Установку для титрования собирают по схеме в соответствии с рисунком 1.

Поляризацию осуществляют от источника постоянного тока через резистор или набор резисторов, присоединяя к платиновому электроду отрицательный полюс источника питания. Иономер включают в режиме милливольтметра. Электроды погружают в раствор соляной кислоты.



1 — электрод платиновый высокотемпературный ЭПВ-1; *2* — электрод вспомогательный лабораторный ЭВЛ-1М3; *3* — ячейка для титрования; *GB 1* — источник постоянного тока; *R 1* — резистор или набор резисторов; *PV 1* — иономер

Рисунок 1 — Электрическая схема потенциометрического титрования

При установлении потенциала на узком поддиапазоне иономера от плюс 50 до минус 250 мВ установка к работе готова.

Для подачи титранта в анализируемую пробу на кончик бюретки надевают тонкий (ниппельный) резиновый шланг, к которому присоединяют загнутый кверху стеклянный капилляр внутренним диаметром не более 0,5 мм. При титровании капилляр погружают в титруемый раствор.

5.6 Проведение контрольного титрования

В стакан вместимостью 50 см^3 вносят 5 см^3 раствора соляной кислоты, 5 см^3 воды, 18 см^3 этилового спирта и пипеткой вместимос-

тью 1 см³ 1,0 см³ раствора ФМК. Стакан устанавливают на магнитную мешалку, помещают в него магнитную вертушку, опускают электроды и титруют при интенсивном перемешивании раствором ДАМ. Объем первой порции титранта должен быть на 0,5 см³ меньше эквивалентного (устанавливается по результатам ориентировочного титрования). Затем титрант добавляют порциями по 0,1 см³, а вблизи точки эквивалентности — по 0,02 см³.

После добавления каждой порции титранта ожидают стабилизации потенциала не более 2 мин.

За эквивалентный принимают такой объем раствора ДАМ, при добавлении к которому следующей порции титранта происходит наибольшее изменение потенциала.

Контрольное титрование повторяют 3—4 раза. Затем вычисляют как среднее арифметическое объем раствора ДАМ (V) в см³, израсходованный на титрование 1 см³ раствора ФМК.

5.7 Подготовка пробы средства к анализу

Для порошкообразных средств часть представительной пробы растирают в ступке до исчезновения гранул и комочков.

Навеску средства, содержащую 20—30 мг НПАВ, взвешивают в стакане, прикрытом часовым стеклом. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

6 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

В стакан с пробой средства, подготовленной по 5.7 настоящего стандарта, добавляют 5 см³ раствора соляной кислоты, 3 см³ раствора хлорида бария, 21 см³ этилового спирта и пипеткой 4,0 см³ раствора ФМК. Опускают в стакан электроды и титруют раствором ДАМ, как указано в 5.6 для контрольного титрования.

В тех же условиях проводят титрование 2,0 см³ раствора сравнения соответствующего НПАВ (при определении массовой доли НПАВ в пересчете на оксиэтиленовые группы титрование не проводят).

7 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю неионогенного поверхностно-активного вещества (НПАВ) X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(4 - \frac{V_1}{V}) \cdot 0{,}02 \cdot 100}{(4 - \frac{V_2}{V}) \cdot m}. \qquad (3)$$

Массовую долю неионогенного поверхностно-активного вещества (НПАВ) в пересчете на оксиэтиленовые группы (ОЭГ) X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(4 - \frac{V_1}{V}) \cdot 0{,}00662 \cdot 100}{m}, \qquad (4)$$

где 4 — объем раствора ФМК молярной концентрации 0,01 моль/дм^3, взятый для титрования, см^3;

V_1 — объем раствора ДАМ молярной концентрации 0,03 моль/дм^3, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см^3;

V — объем раствора ДАМ молярной концентрации 0,03 моль/дм^3, соответствующий 1 см^3 раствора ФМК молярной концентрации 0,01 моль/дм^3 (определяют по 5.6), см^5;

0,02 — масса НПАВ, содержащаяся в 2 см^3 раствора сравнения, г;

0,00662 — масса ОЭГ, соответствующая 1 см^3 раствора ФМК молярной концентрации 0,01 моль/дм^3, г;

V_2 — объем раствора ДАМ молярной концентрации 0,03 моль/дм^3, израсходованный на титрование 2 см^3 раствора сравнения НПАВ, см^5;

m — масса навески средства, г.

Результаты определений округляют до первого десятичного знака.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемые расхождения, указанные в таблице 1.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ указана в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Массовая доля НПАВ	Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа	Допускаемое абсолютное расхождение между результатами двух параллельных определений
От 1,5 до 8,0 включ.	±0,2	0,4
Св. 8,0 » 15,0 »	±0,4	0,6
» 15,0 » 25,0 »	±0,6	0,7
» 25,0 » 45,0 »	±1,0	1,1

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(информационное)

БИБЛИОГРАФИЯ

[1] ТУ 6-09-4711—81 Кальций хлорид обезвоженный (кальций хлористый) ч.
[2] ТУ 6-09-3540—78 Кислота фосфорномолибденовая водная х.ч., ч.д.а., ч.
[3] ТУ 6-09-3835—77 Диантипирилметан (4,4-метиленбис (2,3-диметил-1-фенил-3-пиразолин-5-он); 4,4-метилендиантипирин) ч.д.а.

УДК 661.185.6.001.4:006.354 ОКС 71.040.40 У29 ОКСТУ 2309

Ключевые слова: товары бытовой химии, метод определения, массовая доля неионогенного поверхностно-активного вещества, оксиэтиленовые группы

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор В.Н. Прусакова
Корректор *В.С. Черная*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95. Сдано в набор 19.02.97. Подписано в печать 05.03.97.
Усл. печ. л. 0,70. Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 275 экз. С/Д 2300. Зак. 369.

gost.e-ecolog.ru

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6.