ГОСТ Р 50061—92
(ИСО 6843—88)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВЕЩЕСТВА ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫЕ. СУЛЬФАТИРОВАННЫЕ ЭТОКСИЛИРОВАННЫЕ СПИРТЫ И АЛКИЛФЕНОЛЫ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СРЕДНЕЙ ОТНОСИТЕЛЬНОЙ МОЛЕКУЛЯРНОЙ МАССЫ

Издание официальное

БЗ 7—92/736

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.185.001.4:006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВЕЩЕСТВА ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫЕ. СУЛЬФАТИРОВАННЫЕ ЭТОКСИЛИРОВАННЫЕ СПИРТЫ И АЛКИЛФЕНОЛЫ

Определение средней относительной молекулярной массы

Surface active agents. Sulphated ethoxylated alcohols and alkyl phenols. Determination of mean relative molecular mass

ОКСТУ 2409

ГОСТ
Р 50061—92

(ИСО 6843—88)

Дата введения 01.07.93

Настоящий стандарт устанавливает метод определения относительной средней молекулярной массы анионактивного вещества, присутствующего в обычных торговых продуктах сульфатирования этоксилированных спиртов или алкилфенолов, являющихся сульфатами алкилоксиэтилена (сульфатами этоксилированных спиртов) или сульфатами алкилфенолоксиэтилена (сульфатами этоксилированных алкилфенолов), содержащими не более 20 оксиэтиленовых групп на молекулу.

В приложении представлена общая схема анализа.

1. ССЫЛКИ

ГОСТ 6732.2 «Красители органические, продукты промежуточные для красителей, вещества текстильно-вспомогательные. Методы отбора проб».

ГОСТ 22567.1 «Средства моющие синтетические. Метод определения пенообразующей способности».

ГОСТ 1770 «Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия».

ГОСТ 28954 «Вещества поверхностно-активные и средства моющие. Определение содержания анионактивного вещества методом прямого двухфазного титрования вручную или механическим путем».

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

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

ГОСТ 25336 «Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры».

ГОСТ 22567.6* «Средства моющие синтетические. Метод определения массовой доли поверхностно-активных веществ».

2. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Из раствора навески насыщенного хлоридом натрия экстрагируют алкилэтоксисульфат смесью этилацетата и бутанола-1, затем из водной фазы, содержащей полигликоль, выпаривают водный раствор сульфата полигликоля и, возможно, присутствующие следы этоксисульфатов. Затем обработкой метанолом и фильтрацией удаляют содержащиеся в остатке соли.

Выпаривают аликвотную часть фильтрата и взвешивают остаток, затем вновь растворяют в воде и определяют содержание хлорида натрия и анионактивного вещества.

Массовую долю полигликоля определяют пропусканием оставшейся части фильтрата через ионообменную смолу.

По разности массовых долей вышеопределенных соединений определяют содержание сульфата полигликоля.

Из содержания анионного поверхностно-активного вещества (алкилэтоксисульфата) и содержания анионного поверхностно-активного вещества, определенного двухфазным титрованием, определяют относительную среднюю молекулярную массу.

Примечание. Содержание анионного поверхностно-активного вещества (алкилэтоксисульфата) получают по разнице между содержанием общего активного вещества и содержанием несульфатированного вещества и сульфата полигликоля.

3. РЕАКТИВЫ И ПРОДУКТЫ

При проведении анализа используют реактивы только известного качества и дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

3.1. Метанол.

3.2. Натрий хлористый.

3.3. Этилацетат-бутанол-1, смесь (9+1) по объему.

3.4. Натрий хлористый, раствор 59 г/дм^3.

3.5. Кислота соляная, раствор 73 г/дм^3.

3.6. Натрия гидроксид, раствор 80 г/дм^3.

3.7. Серебра нитрат, титрованный раствор концентрации $c(AgNO_3) = 0{,}100$ моль/дм^3.

---

* Следуют указаниям ГОСТ 22567.6 до применения в качестве государственных стандартов ИСО 6842 и ИСО 8799.

3.8. Смола катионобменная в водородной форме, сульфогруппа на полистирольной стеке, 2% поперечных связей, размер частиц 150—330 мкм.

3.9. Смола анионобменная в хлоридной форме, группа четвертичного аммония на полистирольной сетке, 2% поперечных связей, размер частиц 150—330 мкм.

4. АППАРАТУРА

Обычное лабораторное оборудование и

4.1. Воронки делительные вместимостью 250 см³.

4.2. Воронка делительная в рубашке вместимостью 250 см³.

4.3. Колба мерная вместимостью 100 см³.

4.4. Баня водяная, регулируемая при 50°С.

4.5. Холодильник обратный.

4.6. Аппарат выпарной роторный с колбами круглодонными вместимостью 250 см³.

4.7. Колонка ионобменная: трубка стеклянная внутренним диаметром 25 мм и длиной 200 мм, суженная в нижней части, снабженная стеклянным краном. Ионобменная смола удерживается в нижней части трубки слоем 10—20 мм стеклянной ваты или пластинкой из пористого стекла.

5. ОТБОР ОБРАЗЦА

Лабораторный образец поверхностно-активного вещества следует отбирать и хранить в соответствии с требованиями ГОСТ 6732.2.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

6.1. Навеска

Лабораторный образец при необходимости гомогенизируют добавкой некоторого количества воды известного и соответствующего качества. Берут навеску, содержащую приблизительно 25 ммоль анионного активного вещества, с погрешностью 0,1 г и помещают в химический стакан вместимостью 100 см³.

6.2. Приготовление ионобменных смол

При необходимости ионообменные смолы можно получить в количествах менее 1 кг и пропорционально с меньшими объемами реактивов.

6.2.1. *Смола анионобменная*

1 кг анионобменной смолы (п. 3.9) оставляют на 48 ч в воде для набухания, затем переносят в соответствующую колонку, пропускают через нее 5 л раствора гидроксида натрия (п. 3.6), а затем 2—3 л воды. После этого пропускают 4 л раствора соляной

кислоты (п. 3.5) и снова промывают 2—3 л воды. Полученную таким образом смолу следует хранить под водой.

6.2.2. *Смола катионобменная*

1 кг катионобменной смолы (п. 3.8) оставляют на 48 ч в воде для набухания, затем переносят в соответствующую колонку, пропускают через нее 5 л раствора соляной кислоты (п. 3.5) и промывают водой до нейтральной реакции. Полученную таким образом смолу следует хранить под водой.

6.3. Применение смол

Отбирают 25 см³ анионобменной смолы, полученной в соответствии с п. 6.2.1, и переносят в ионобменную колонку (п. 4.7). Пропускают пятикратный по сравнению с объемом смолы объем раствора гидроксида натрия (п. 3.6), промывают водой до нейтральной реакции, а затем промывают одно- или двухкратным объемом метанола (п. 3.1), равным объему смолы.

Отбирают нужное количество катионобменной смолы в соответствии с п. 6.2.2 и дважды промывают объемом метанола, равным объему смолы.

6.4. Приготовление ионообменной колонки со смешанным ионитом

В химическом стакане смешивают 25 см³ катионобменной смолы и 25 см³ анионобменной смолы (п. 6.3). Заполняют смесью колонку (п. 4.7) небольшими количествами, уплотняют смолу стеклянной палочкой, чтобы получить объем 50—60 см³ и промывают 500 см³ метанола (п. 3.1).

6.5. Отделение сульфата полигликоля

6.5.1. Растворяют навеску (п. 6.1) в 50 см³ раствора хлористого натрия (п. 3.4) и 50 см³ смеси этилацетата и бутанола-1 (п. 3.3).

Переносят раствор в делительную воронку (п. 4.1) и ополаскивают химический стакан несколькими кубическими сантиметрами раствора хлорида натрия (п. 3.4) и смеси этилацетата и бутанола-1, затем добавляют в делительную воронку, промывая раствор.

Делительную воронку энергично встряхивают и оставляют для разделения фаз. Водную фазу сливают во вторую делительную воронку (п. 4.1), добавляют туда 50 см³ смеси этилацетата и бутанола-1 и перемешивают.

Водную фазу сливают в делительную воронку с рубашкой (п. 4.2), терморегулируемой при 60°С, добавляют 5 г хлористого натрия (п. 3.2) и перемешивают до полного растворения. Добавляют 50 см³ смеси этилацетата и бутанола-1 и перемешивают. После разделения фаз водную фазу сливают в круглодонную колбу вместимостью 250 см³ (п. 4.6) и выпаривают досуха в роторном испарителе (п. 4.6) на водяной бане (п. 4.4) при температуре 60°С под вакуумом, полученным с помощью водоструйного насоса.

К полученному остатку добавляют 30 см³ метанола (п. 3.1), доводят до кипения в течение 3 мин с обратным холодильником и фильтруют на фильтровальной бумаге средней плотности, собирая фильтрат в колбу вместимостью 250 см³ (п. 4.6). Повторяют эти операции трижды, сразу же одну за другой и снова выпаривают досуха с помощью роторного испарителя.

Полученный остаток снова обрабатывают 30 см³ метанола (п. 3.1), доводят до кипения в течение 3 мин с обратным холодильником и фильтруют через бумагу средней плотности, собирая фильтрат в мерной колбе (п. 4.3). Повторяют эти операции трижды, одну за другой и доводят объем до метки метанолом.

С помощью пипетки вводят 50 см³ раствора в предварительно градуированный химический стакан вместимостью 150 см³, испаряют при помощи струи азота, сушат при 105°С до постоянной массы и остаток взвешивают (m_1).

6.5.2. Оставшиеся 50 см³ из мерной колбы пропускают через колонку (п. 6.4).

Расход устанавливают 5 см³/мин и промывают 100 см³ метанола. Элюат после промывания переносят порциями в градуированную колбу вместимостью 250 см³ (п. 4.6), выпаривают с помощью роторного испарителя на водяной бане при 50°С под вакуумом, полученным, например, при использовании водоструйного насоса, сушат при 105°С до получения постоянной массы и остаток взвешивают (m_2).

6.5.3. Остаток (m_1) растворяют в 50 см³ воды. В 10 см³ этого раствора определяют содержание анионактивного вещества (A_2) прямым двухфазным титрованием в соответствии с ГОСТ 28954.

6.5.4. В других порциях по 10 см³ этого раствора определяют содержание хлоридов, обрабатывая раствором нитрата серебра (п. 3.7).

6.6. Определение относительной средней молекулярной массы

Относительную среднюю молекулярную массу вычисляют по формуле, приведенной в п. 7.1.2.

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1. Метод вычисления

7.1.1. *Содержание сульфата полигликоля*

Содержание сульфата полигликоля (PS) в массовых процентах вычисляют по формуле

$$PS = R - P - A,$$

7.1.1.1. R — массовый процент остатка от водной фазы после экстракции смесью этилацетата и бутанола-1, рассчитанный по формуле

$$R=\frac{(2n_1-0{,}0585V)\cdot 100}{m_0},$$

где m_0 — масса навески (п. 6.1), г;
m_1 — масса остатка от водной фазы, полученного в п. 6.5.1, г;
V — объем раствора нитрата серебра (п. 3.7), использованный в п. 6.5.4, см³.

7.1.1.2. P — массовый процент полигликоля в водной фазе после экстракции смесью этилацетата и бутанола-1, вычисляемый по формуле

$$P=\frac{2n_2\cdot 100}{m_0},$$

где m_0 — масса навески (п. 6.1), г;
m_2 — масса остатка после пропускания 50 см³ метанольного раствора (п. 6.5.1) через ионобменную колонку (п. 6.5.2), г.

7.1.1.3. A — массовый процент анионактивного вещества в водной фазе после экстракции смеси этилацетата и бутанола-1, вычисляемый по формуле

$$A=\frac{A_2(AT+P-NS-R)}{A_1-A_2},$$

где A_1 — содержание анионактивного вещества, определенное в продукте прямым двухфазным титрованием в соответствии с ГОСТ 28954, ммоль/г;
A_2 — содержание анионактивного вещества, определенное в водной фазе после экстракции смесью этилацетата и бутанола-1 (п. 6.5.1) прямым двухфазным титрованием (п. 6.5.3), ммоль/г;
AT — содержание общего активного вещества, определенное в соответствии с ГОСТ 22567.6, % (масс.);
P — массовый процент полигликоля, вычисляемый согласно п. 7.1.1.2;
NS — содержание несульфатированного вещества, определенное в соответствии с ГОСТ 22567.6, % (масс.);
R — массовый процент остатка от водной фазы после экстракции со смесью этилацетата и бутанола-1, вычисленный согласно п. 7.1.1.1.

7.1.2. *Средняя относительная молекулярная масса*

Среднюю относительную молекулярную массу вычисляют по формуле

$$10 \cdot \frac{(AT-NS-RS)}{A_1},$$

где AT — содержание общего активного вещества, определенное в соответствии с ГОСТ 22567.6, % (масс.);

NS — содержание несульфатированного вещества, определенное в соответствии с ГОСТ 22567.6, % (масс.);

PS — содержание сульфата полигликоля, вычисленное согласно п. 7.1.1, % (масс.);

A_1 — содержание анионактивного вещества, определенное в продукте прямым двухфазным титрованием в соответствии с ГОСТ 28954, ммоль/г.

7.2. Точность

7.2.1. *Содержание сульфата полигликоля*

Сравнительные анализы, проведенные в 15 лабораториях, дали следующие статистические данные:

среднее значение [% (m/m) сульфата полигликоля] — 1,08;

стандартное отклонение повторяемости σ_r — 0,18;

стандартное отклонение воспроизводимости σ_R — 0,77.

7.2.2. *Средняя относительная молекулярная масса*

Вследствие взаимного влияния различных методов, используемых для определения и расчета средней относительной молекулярной массы, невозможно дать статистическую оценку надежности ее определения.

8. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен содержать следующую информацию:

а) все данные, необходимые для полной идентификации образца;

б) ссылку на использованный метод (ссылка на настоящий стандарт);

в) результаты и формы их обработки;

г) все детали работы, не предусмотренные в настоящем стандарте или стандартах, на которые сделана ссылка.

gost.e-ecolog.ru