ГОСТ 28954—91
(ИСО 2271—89)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВЕЩЕСТВА ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫЕ И СРЕДСТВА МОЮЩИЕ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ АНИОНОАКТИВНОГО ВЕЩЕСТВА МЕТОДОМ ПРЯМОГО ДВУХФАЗНОГО ТИТРОВАНИЯ ВРУЧНУЮ ИЛИ МЕХАНИЧЕСКИМ ПУТЕМ

Издание официальное

БЗ 3—2004

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН Министерством химической и нефтеперерабатывающей промышленности СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 29.03.91 № 402**

   Стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 2271—89 «Поверхностно-активные вещества. Детергенты. Определение содержания анионного активного вещества ручным или механическим методом при прямом двухфазном титровании» и полностью ему соответствует

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение отечественного нормативно-технического документа, на который дана ссылка	Обозначение соответствующего стандарта	Раздел, пункт
ГОСТ 1770—74	ИСО 1042—98	2; 5.1; 5.3
ГОСТ 4204—77	—	4.2; 4.3
ГОСТ 4328—77	—	4.4
ГОСТ 29227—91	ИСО 648—77	2; 5.4
ГОСТ 29251—91	ИСО 385-1—84	2; 5.2
ГОСТ 30024—93	ИСО 607—80	2; 6

5. **ПЕРЕИЗДАНИЕ. Октябрь 2004 г.**

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 30.09.2004. Подписано в печать 22.10.2004. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,80. Тираж 100 экз. С 4308. Зак. 934.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
e-mail: info@standards.ru
gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

УДК 661.185:543.06:006.354 Группа Л29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВЕЩЕСТВА ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫЕ И СРЕДСТВА МОЮЩИЕ

Определение содержания анионоактивного вещества методом прямого двухфазного титрования вручную или механическим путем

Surface active agents and detergents. Determination of anionic-active matter by manual or mechanical direct two-phase titration procedure

ГОСТ 28954—91

(ИСО 2271—89)

МКС 71.100.40
ОКСТУ 2409

Дата введения 01.01.92

1. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания анионоактивного вещества в поверхностно-активных веществах или в моющих средствах механическим путем или вручную.

Метод применим к твердым веществам или водным растворам активного вещества.

Относительная молекулярная масса анионоактивного вещества должна быть известна.

Метод не применим при наличии катионных поверхностно-активных веществ.

Ручное титрование применяется для определения алкилбензолсульфонатов, алкансульфонатов, сульфатов и гидроксисульфатов, алкилфенолсульфатов, метокси- и этоксисульфатов жирных спиртов, диалкилсульфосукцинатов и других активных веществ, содержащих в молекуле гидрофильную группу.

Механическое титрование применяется для определения вышеуказанных продуктов, если оно дает результаты, сопоставимые с результатами, полученными ручным титрованием.

Примечание. Сульфонаты с низкой относительной молекулярной массой, присутствующие в виде гидротропов (толуол, ксилол), не оказывают воздействия на активное вещество, если их концентрация не превышает 15 % (по массе).

При большей концентрации их воздействия следует оценивать в каждом отдельном случае. Мыло, мочевина, а также соли этилендинитрилотетрауксусной кислоты не оказывают воздействие на активное вещество. В присутствии неионогенных поверхностно-активных веществ их влияние следует оценивать в каждом конкретном случае.

Неорганические компоненты моющих средств, такие как хлористый натрий, сульфат, борат, триполифосфат, перборат, силикат и т. д., не оказывают влияния на результаты определения. Отбеливающие средства, за исключением пербората, следует нейтрализовать перед проведением анализа, образец должен полностью растворяться в воде.

2. ССЫЛКИ

ИСО 385-1—84 Лабораторная стеклянная посуда. Бюретки. Часть 1. Общие спецификации (ГОСТ 29251)

ИСО 607—80 Поверхностно-активные вещества и моющие средства. Методы дробления образца (ГОСТ 30024—93).

ИСО 648—77 Лабораторная стеклянная посуда. Пипетки с одной меткой (ГОСТ 29227)

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1991
© ИПК Издательство стандартов, 2004

ИСО 1042—98 Лабораторная стеклянная посуда. Мерные колбы с одной меткой (ГОСТ 1770).

В момент опубликования указанные издания были действующими. Всякий стандарт является объектом для пересмотра, и стороны, приходящие к соглашению на основе настоящего стандарта, приглашаются к поиску возможности применения наиболее поздних изданий стандартов, указанных выше. Члены МЭК и ИСО имеют реестр международных стандартов, действующих в данный момент.

3. ПРИНЦИП МЕТОДА

Метод заключается в определении анионоактивного вещества в среде, состоящей из водной и хлороформной фаз, посредством объемного титрования титрованным раствором катионоактивного вещества (бензотониум хлорид) в присутствии индикатора, состоящего из смеси катионного красителя-димидиума бромида и анионного красителя-кислотного синего 1.

Примечание. Химический процесс в данном случае протекает следующим образом: анионоактивное вещество образует соль с катионным красителем, которая, растворяясь в хлороформе, придает данному слою хлороформа красно-розовую окраску. В процессе титрования бензотониум хлорид вытесняет димидиум бромид, а красно-розовая окраска хлороформного слоя исчезает по мере перехода красителя в водную фазу. Избыточное количество бензотониума хлорида образует соль с анионным красителем, которая растворяется в слое хлороформа и окрашивает его в синий цвет.

4. РЕАКТИВЫ

Для анализа используют реактивы квалификации «чистый для анализа» (ч. д. а.) и дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

4.1. Хлороформ, ρ_{20} = 1,48 г/см^3, дистилляция при 59,5—61,5 °С.

4.2. Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор массовой концентрации 245 г/дм^3.

Для приготовления раствора осторожно добавляют 134 см^3 серной кислоты (ρ_{20} = 1,83 г/см^3) к 300 см^3 воды и разбавляют до объема 1 дм^3.

4.3. Кислота серная по ГОСТ 4204, титрованный раствор концентрации c ($^1/_2H_2SO_4$) = = 1,0 моль/дм^3.

4.4. Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, титрованный раствор концентрации c (NaOH) = = 1,0 моль/дм^3.

4.5. Натриевая соль лаурилсульфата (натрий додецилсульфат) $CH_3(CH_2)_{11}OSO_3Na$, титрованный раствор концентрации c ($C_{12}H_{25}NaO_4S$) = 0,004 моль/дм^3.

Проверяют чистоту натриевой соли лаурилсульфата и одновременно готовят титрованный раствор.

4.5.1. Определение чистоты натриевой соли лаурилсульфата

В круглодонную колбу с притертым горлом вместимостью 250 см^3 помещают предварительно взвешенные (5 ± 0,2) г продукта (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до третьего десятичного знака), добавляют 25 см^3 раствора серной кислоты (п. 4.3) и кипятят с обратным холодильником, имеющим водяное охлаждение.

В течение первых 5—10 мин раствор становится гуще и возникает интенсивное пенообразование. Этот процесс устраняют путем удаления источника тепла и взбалтывания содержимого колбы. Во избежание чрезмерного пенообразования вместо кипячения с обратным холодильником раствор можно оставить на кипящей водяной бане на 60 мин. Через 10 мин раствор становится прозрачным и пенообразование прекращается. После этого раствор снова нагревают с обратным холодильником в течение 90 мин.

Удаляют источник тепла, охлаждают колбу и осторожно промывают холодильник сначала 30 см^3 этилового спирта, а затем водой.

К раствору добавляют несколько капель фенолфталеина (п. 4.7) и титруют раствором гидроокиси натрия (п. 4.4).

Проводят контрольный опыт: 25 см^3 раствора серной кислоты (п. 4.3) титруют раствором гидроокиси натрия (п. 4.4).

Чистоту натриевой соли лаурилсульфата (τ) в процентах вычисляют по формуле

$$\tau = \frac{28{,}84\,(V_1 - V_0)\,c_0}{m_1},$$

где V_0 — объем раствора гидроокиси натрия (п. 4.4), используемого для контрольного опыта, см^3;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия (п. 4.4), используемого для титрования навески натриевой соли лаурилсульфата, см^3;

c_0 — точная концентрация раствора гидроокиси натрия (п. 4.4), моль/дм^3;

m_1 — масса навески натриевой соли лаурилсульфата, использованной для проверки чистоты, г.

4.5.2. Приготовление титрованного раствора натриевой соли лаурилсульфата

Для приготовления раствора взвешивают 1,14—1,16 г натриевой соли лаурилсульфата (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до третьего десятичного знака) и растворяют его в 200 см^3 воды. Раствор количественно переносят в мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 1 дм^3 (п. 5.3) и разбавляют водой до метки.

Концентрацию натриевой соли лаурилсульфата (c_2) в молях $C_{12}H_{25}NaO_4S$ на кубический дециметр вычисляют по формуле

$$c_2 = \frac{m_2 \cdot \tau}{288{,}4 \cdot 100},$$

где m_2 — масса навески натриевой соли лаурилсульфата, использованной для приготовления раствора, г;

τ — чистота натриевой соли лаурилсульфата, определенная по п. 4.5.1, %.

4.6. Бензотониум хлорид[1], раствор концентрации c ($C_{27}H_{42}ClNO_2$) = 0,004 моль/дм^3

Бензил-диметил-2-[2,4 (1,1,3,3-тетраметилбутил) фенокси-этокси] этиламмонийхлорид, моногидрат:

$$[(CH_3)_3—C—CH_2—C(CH_3)_2—C_6H_4OCH_2—CH_2OCH_2—CH_2—N—$$
$$—(CH_3)_2—CH_2—C_6H_5)] + Cl^- \cdot H_2O.$$

4.6.1. Приготовление раствора бензотониума хлорида

Для приготовления раствора взвешивают 1,75—1,85 г бензотониума хлорида (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до третьего десятичного знака) и растворяют его в воде, количественно переносят в мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 1 дм^3 (п. 5.3) и доводят водой до метки.

Примечание. Для приготовления раствора бензотониума хлорида концентрации c ($C_{21}H_{42}ClNO_2$) = = 0,004 моль/дм^3 его предварительно высушивают при температуре 105 °С и охлаждают в эксикаторе, затем взвешивают 1,792 г (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до третьего десятичного знака), растворяют в воде и разбавляют до 1 дм^3.

Проведенные испытания показали, что применение других катионоактивных реактивов, таких как цетилтриметиламмоний бромида и бензалкониум хлорида приводит к результатам, идентичным получаемым при использовании бензотониума хлорида. Однако количество проведенных испытаний недостаточно для того, чтобы сделать заключение об идентичности полученных результатов независимо от анализируемого продукта. Поэтому в случае отсутствия бензотониума хлорида допускается использование другого реактива при условии упоминания о последнем в протоколе испытаний. В сомнительных и спорных случаях следует использовать только бензотониум хлорид.

4.6.2. Определение точной концентрации бензотониума хлорида в растворе

С помощью пипетки (п. 5.4) отбирают 25 см^3 раствора натриевой соли лаурилсульфата, помещают в склянку или мерный цилиндр (п. 5.1), или в емкость для титрования (п. 5.5), добавляют 10 см^3 воды, 15 см^3 хлороформа (п. 4.1) и 10 см^3 раствора смешанного индикатора (п. 4.8). Титруют раствором бензотония хлорида (п. 4.6.1). Емкость для титрования после каждого добавления закрывают пробкой и хорошо встряхивают. Если используют емкость для титрования с мешалкой (п. 5.5), включают мешалку не менее чем на 4 с и затем выключают ее. Нижний слой приобретает розовую окраску. Продолжают титрование при энергичном перемешивании вручную (с использованием емкостей для титрования) (п. 5.1) или перемешивая мешалкой (с использованием емкости для титрования) (п. 5.5). По мере приближения к конечной точке эмульсия, образовавшаяся при перемешивании, легко разрушается. Титрование продолжают по каплям, встряхивая после каждого добавления титранта, пока не будет достигнута конечная точка титрования. Это происходит в тот

[1] Гуамин 1622 является примером соответствующего продукта, имеющегося на рынке. Эта информация дана для пользователей настоящего стандарта и совсем не означает, что ИСО одобряет или рекомендует применение исключительно так названного продукта.

момент, когда розовая окраска полностью исчезает из слоя хлороформа и приобретает бледную серо-голубую окраску.

4.6.3. Вычисление концентрации

Точную концентрацию раствора бензотониума хлорида (c_1) в молях $C_{27}H_{42}ClNO_2$ на кубический дециметр вычисляют по формуле

$$c_1 = \frac{c_2 \cdot 25}{V_2},$$

где V_2 — объем раствора бензотониума хлорида, использованного для титрования (п. 4.6.2), см^3;

c_2 — концентрация натриевой соли лаурилсульфата, определенная по п. 4.5.2, моль/дм^3.

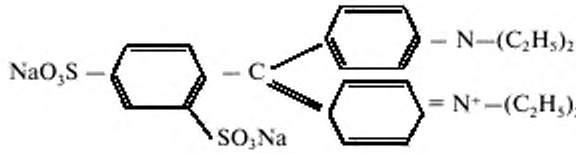
4.7. Фенолфталеин, спиртовой раствор массовой концентрации 10 г/дм^3

Для приготовления раствора 1 г фенолфталеина растворяют в 100 см^3 этилового спирта с объемной долей 95 %.

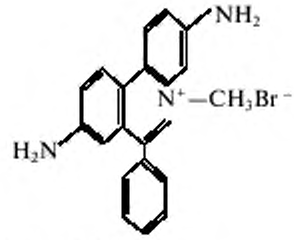
4.8. Смешанный индикатор, раствор[1]

4.8.1. Основной раствор: раствор готовят из кислотного синего 1 и димидиума бромида.

4.8.1.1. Кислотный синий 1[2] (индекс цвета 42045) (динатрий 4′, 4″ — динитрилодиэтилтрифенилметан-2, 4-дисульфонат).



4.8.1.2. Димидиум бромид (3,8-диамино-5-метил-6-фенилфенантридиниум бромид)



4.8.1.3. Приготовление основного раствора

Для приготовления раствора в химический стакан вместимостью 50 см^3 помещают предварительно взвешенные (0,500 ± 0,005) г димидиума бромида (п. 4.8.1.2), во второй стакан вместимостью 50 см^3 — (0,250 ± 0,005) г кислотного синего 1 (п. 4.8.1.1).

В каждый стакан добавляют 20—30 см^3 подогретого раствора этилового спирта с объемной долей 10 %.

Растворы перемешивают до полного растворения и переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3. Химические стаканы ополаскивают раствором этилового спирта и выливают их содержимое в мерную колбу, после чего колбу доливают до метки раствором этилового спирта с объемной долей 10 %.

4.8.2. Кислотный раствор

К 20 см^3 основного раствора (п. 4.8.1), находящегося в мерной колбе вместимостью 500 см^3, добавляют 200 см^3 воды. Затем добавляют 20 см^3 раствора серной кислоты массовой концентрации 245 г/дм^3 (п. 4.2), перемешивают и доливают до метки водой. Раствор хранят в темноте.

---

[1] Смешанный индикатор имеется в продаже в виде основного раствора, который должен быть подкислен и разбавлен перед его использованием.

[2] Кислотный синий 1, синий YS и дисульфитный синий YN 150 являются примерами соответствующих продуктов, имеющихся на рынке. Эта информация дана для пользователей настоящего стандарта и совсем не означает, что ИСО одобряет или рекомендует применение исключительно так названного продукта.

5. ОБОРУДОВАНИЕ

Обычное лабораторное оборудование, а также указанное в пп. 5.1—5.6.

5.1. Градуированные склянки или мерный цилиндр по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см³ со стеклянными притертыми пробками.

5.2. Бюретки по ГОСТ 29251 вместимостью 25 и 50 см³.

5.3. Колба мерная с одной меткой по ГОСТ 1770 вместимостью 1000 см³, снабженная стеклянной притертой пробкой.

5.4. Пипетка с одной меткой по ГОСТ 29227 вместимостью 25 см³.

5.5. Емкость для титрования (см. черт.) с электрической мешалкой.

5.6. Автоматическая бюретка с моторизованным поршнем вместимостью 20 см³.

6. ОТБОР ПРОБ

Лабораторный образец готовят и хранят в соответствии с указаниями по отбору проб по ГОСТ 30024.

7. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

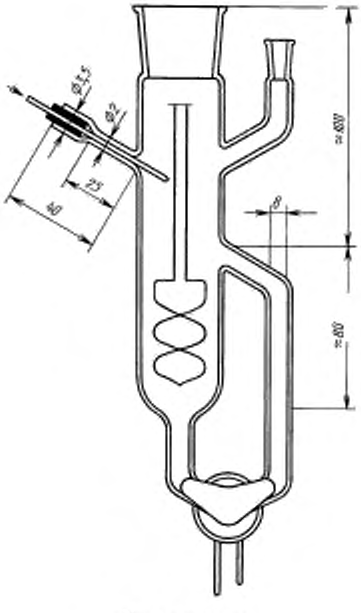
П р е д у п р е ж д е н и е. Соблюдать правила безопасности при обращении с токсичными растворителями!

ЕМКОСТЬ ДЛЯ ТИТРОВАНИЯ

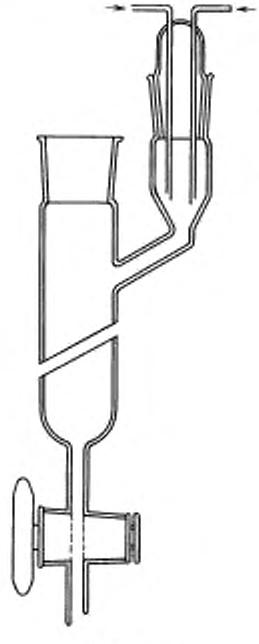
Соединяется с автоматической бюреткой (п. 5.6), наполненной раствором бензотониума хлорида (п. 4.6)

Соединяется с раздаточным автоматом (дозатором), наполненным раствором смешанного индикатора (п. 4.8)

Соединяется с дозатором, наполненным хлороформом (п. 4.1)



Вид спереди



Вид сбоку



Спиральная мешалка

7.1. Навеска

В химический стакан вместимостью 150 см³ помещают такое количество лабораторного образца, которое содержит 0,003—0,005 моля анионоактивного вещества. Результат взвешивания записывают в граммах с точностью до третьего десятичного знака.

Примечание. Данные, приведенные в таблице, вычислены на основе молекулярной массы 360 и могут служить приблизительным руководством.

Массовая доля активного вещества в пробе, % (м/м)	Масса навески, г	Массовая доля активного вещества в пробе, % (м/м)	Масса навески, г
15	10,0	60	2,4
30	5,0	80	1,8
45	3,2	100	1,4

7.2. Определение массовой доли анионоактивного вещества

Пробу для анализа растворяют в воде. Добавляют несколько капель раствора фенолфталеина (п. 4.7) и нейтрализуют раствором гидроокиси натрия (п. 4.4) до получения слабо-розовой окраски или раствором серной кислоты (п. 4.3), смотря по обстоятельствам.

Количественно переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³ (п. 5.3) с притертой пробкой и доливают водой до метки. Тщательно перемешивают и переносят пипеткой (п. 5.4) 25 см³ этого раствора в градуированную склянку или мерный цилиндр (п. 5.1) или в емкость для титрования (п. 5.5), добавляют 10 см³ воды, 15 см³ хлороформа (п. 4.1) и 10 см³ раствора смешанного индикатора (п. 4.8). Титруют раствором бензотониума хлорида (п. 4.6), как описано в п. 4.6.2, начиная со второго абзаца.

8. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

8.1. Метод вычисления

Массовую долю анионоактивного вещества (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_3\, c_1\, M_r \cdot 1000 \cdot 100}{m_0 \cdot 25 \cdot 1000} = \frac{4 \cdot V_3\, c_1\, M_r}{m_0},$$

где V_3 — объем раствора бензотониума хлорида (п. 4.6), использованного для титрования 25 см³ аликвотной части раствора анионоактивного вещества, см³;

M_r — относительная молекулярная масса анионоактивного вещества;

m_0 — масса навески, г;

c_1 — точная концентрация бензотониума хлорида, определенная по п. 4.6.3, моль/дм³.

8.2. Точность анализа

8.2.1. Повторяемость результатов

Максимальное расхождение между результатами двух параллельных определений, проведенных одновременно или быстро одно за другим одним и тем же лаборантом, использующим одно и то же оборудование, не должно превышать 1,5 % среднего значения.

8.2.2. Воспроизводимость результатов

Расхождение между результатами, полученными при испытаниях, выполненных на одном и том же образце в двух различных лабораториях, не должно превышать 3 % среднего значения.

9. ОТЧЕТ ОБ ИСПЫТАНИИ

Отчет об испытании должен содержать следующие указания:

а) все сведения, необходимые для полной идентификации образца;

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

в) полученные результаты и способ их выражения;

г) все операции, не предусмотренные настоящим стандартом или стандартом, на который делается ссылка, или частности, так же, как и все случайные эпизоды, могущие иметь влияние на результаты.

gost.e-ecolog.ru