25163-82

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫЕ ВЕЩЕСТВА (ПАВ)

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВОБОДНЫХ ПОЛИЭТИЛЕНГЛИКОЛЕЙ И АКТИВНОГО ВЕЩЕСТВА В НЕИОНОГЕННЫХ ПАВ

ГОСТ 25163—82
(СТ СЭВ 2342—80)

Издание официальное



Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Г. А. Тембер, Л. В. Макарова, В. Н. Иванов, Т. А. Мартынова

ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

Член Коллегии П. А. Верков

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 9 марта 1982 г. № 967

УДК 661.185 : 543.06 : 006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫЕ ВЕЩЕСТВА (ПАВ)
Метод определения свободных полиэтиленгликолей и активного вещества в неионогенных ПАВ

ГОСТ 25163—82

Surface-active substances. Method of determining of free polyethilene glycol and an active sabstance in nonionic surface-active substances

(СТ СЭВ 2342—80)

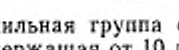
Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 9 марта 1982 г. № 967 срок действия установлен

с 01.07. 1982 г.
до 01.07. 1989 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на неионогенные поверхностно-активные вещества типа алкил- и алкилфенолполиоксиэтилатов, соответствующих формулам 1 и 2, среднее содержание оксиэтиленовых групп в которых от 2 до 10, и устанавливает метод определения массовых долей свободных полиэтиленгликолей и активного вещества.

$$R_1—O\ (CH_2—CH_2O)_n\ H \qquad (1)$$



$$R_2—\text{C}_6\text{H}_4—O(CH_2—CH_2O)_n\ H, \qquad (2)$$

где R_1 — алкильная группа с прямой или разветвленной цепью, содержащая от 10 до 18 атомов углерода;

R_2 — алкильная группа с прямой или разветвленной цепью, в основном нонил или третичный октил;

n — среднее количество оксиэтиленовых групп в одной молекуле.

Сущность метода заключается в экстрагировании раствора пробы в этилацетате водным раствором хлористого натрия, при котором полиэтиленгликоли переходят в водную фазу, а неионогенное поверхностно-активное вещество — в органическую фазу, и определении массовой доли неионогенного поверхностно-активного вещества выпариванием этилацетатного экстракта, а массовой до-

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1982

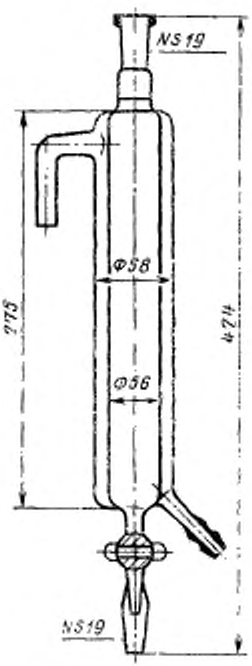
ли полиэтиленгликолей — экстракцией водного экстракта хлороформом и выпариванием хлороформного экстракта.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2342—80.

1. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Воронка делительная по ГОСТ 8613—75, вместимостью 250 и 500 см³ или воронка делительная с рубашкой для термостатирования (чертеж).

Делительная воронка с рубашкой для термостатирования



Колбы КПКШ-250—29/32 ТС, КПКШ-500—29/32 ТС ГОСТ 10394—72.

Цилиндр по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100 см³.

Холодильник стеклянный лабораторный по ГОСТ 9499—70.

Стакан химический по ГОСТ 10394—72, вместимостью 100 см³.

Фильтр беззольный «синяя лента», диаметром 9 см.

Этилацетат по ГОСТ 8981—78.

Хлороформ по ГОСТ 20015—74 или фармакопейный.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Эфир петролейный по ГОСТ 11992—66, с пределами выкипания 40–60°С.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Натрий хлористый, раствор готовят следующим образом: 300 г хлористого натрия, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см³ в 800 см³ дистиллированной воды и доводят объем до метки.

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Все операции растворения и экстракции пробы проводят при температуре (35±1)°С. Используемые аппаратура, реактивы и растворы должны иметь температуру (35±1)°С.

2.2. Экстракцию полиэтиленгликолей из водного раствора хлористого натрия хлороформом допускается проводить при температуре окружающей среды (20±5)°С.

2.3. Для достижения необходимой температуры анализа работают в закрытой камере с температурой (35±1)°С или применяют делительные воронки с рубашкой для термостатирования при (35±1)°С.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. (5±0,05) г пробы взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в стакане в таком объеме этилацетата, чтобы общий объем раствора пробы составил 75 см³ и переносят в делительную воронку А вместимостью 250 см³. В воронку прибавляют 50 см³ водного раствора хлористого натрия, встряхивают в течение 1 мин и выдерживают не менее 30 мин до четкого разделения фаз. Водный экстракт (нижний слой) сливают в делительную воронку Б вместимостью 250 см³. Экстракцию повторяют три раза, прибавляя каждый раз по 50 см³ водного раствора хлористого натрия, и водный экстракт собирают в воронку Б. Затем в воронку Б прибавляют 25 см³ этилацетата и экстрагируют, как указано выше, собирая водный экстракт (нижний слой) в воронку В вместимостью 250 см³.

Затем в воронку В добавляют 25 см³ этилацетата и экстрагируют, как указано выше, собирая водный экстракт (нижний слой) в делительную воронку Г вместимостью 500 см³, а органическую фазу (верхний слой) переносят в воронку Б, в которой также находится органическая фаза. Затем в воронку Б добавляют 25 см³ водного раствора хлористого натрия и экстрагируют, как указано выше.

После этого воронку В промывают водным экстрактом, полученным в воронке Б, и переносят его в воронку Г. Воронку В промывают 10 см³ свежего водного раствора хлористого натрия и промывную жидкость также сливают в воронку Г.

Таким образом, в воронку Г собирают весь водный экстракт пробы, содержащий полиэтиленгликоль, а в воронки А и Б собирают органический экстракт, содержащий активное вещество.

3.2. Содержимое воронки А переносят в перегонную колбу *1* вместимостью 250 см³ с пришлифованной пробкой и отгоняют этилацетат. Содержимым воронки Б промывают воронку А и переносят его в перегонную колбу *1*.

Воронки А и Б последовательно, начиная с воронки Б, два раза промывают порциями этилацетата по 25 см³ и переносят промывную жидкость в перегонную колбу *1*. Из содержимого перегонной колбы отгоняют этилацетат, после чего к сухому остатку добавляют 75 см³ этилацетата, подогретого до 45°С, растворяют сухой остаток и сразу фильтруют через фильтровальную бумагу в перегонную колбу *2* вместимостью 250 см³, предварительно взвешенную с погрешностью не более 0,001 г.

Перегонную колбу *1* и фильтр *1* промывают шесть раз порциями этилацетата по 10 см³, нагретого до 35°С. Фильтраты собирают вместе в перегонную колбу *2*.

Этилацетат из перегонной колбы *2* отгоняют на кипящей водяной бане, а остаток выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 10 см³ ацетона и снова выпаривают досуха. Выпаривание с добавлением 10 см³ ацетона повторяют еще раз, а затем к сухому остатку добавляют 10 см³ петролейного эфира и выпаривают досуха. Перегонную колбу *2* закрывают и ставят в сушильный шкаф, нагретый до (100±5)°С на 10 мин, продувают струей воздуха и взвешивают с погрешностью не более 0,001 г.

Операции, начиная с прибавления 10 см³ ацетона, повторяют до тех пор, пока разница между двумя последовательными взвешиваниями будет равна или будет менее 0,005 г.

3.3. В делительную воронку Г, содержащую водную фазу, добавляют 100 см³ хлороформа, встряхивают в течение 1 мин и выдерживают не менее 15 мин. Затем переносят хлороформный слой в перегонную колбу вместимостью 500 см³. Экстракцию повторяют два раза, используя каждый раз 100 см³ хлороформа.

Из собранных экстрактов отгоняют на водяной бане хлороформ и затем выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 50 см³ хлороформа. Полученный раствор фильтруют через фильтровальную бумагу в предварительно взвешенную перегонную колбу *3* вместимостью 250 см³. Перегонную колбу *1* и фильтр промывают шесть раз порциями по 10 см³ хлороформа, нагретого до 35°С. Из собранного фильтрата отгоняют хлороформ (хлороформ можно использовать повторно для экстракции из водного раствора после стабилизации 2 см³ этилового спирта на 100 см³ хлороформа), сухой остаток досушивают, дважды добавляя по 10 см³ ацетона и 10 см³ петролейного эфира и взвешивают.

Операции, начиная с прибавления 10 см³ ацетона, повторяют до тех пор, пока разница между двумя последовательными взвешиваниями будет равна или будет менее 0,005 г.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю свободных полиэтиленгликолей (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100,$$

где m — масса навески пробы, г;

m_1 — масса сухого остатка, полученная по п. 3.3, г.

4.2. Массовую долю активного вещества (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_2}{m} \cdot 100,$$

где m — масса навески пробы, г;

m_2 — масса сухого остатка, полученная по п. 3.2, г.

4.3. За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,3% для полиэтиленгликолей и 1% для активного вещества.

Редактор *А. С. Пшеничная*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректор *Е. И. Морозова*

...п. к печ. 03.05.82 0,5 п. л. 0,29 уч.-изд. л. Тир. 12000 Цена 3 коп.

gost.e-ecolog.ru

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 439