МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
32466—
2013**

ТОВАРЫ БЫТОВОЙ ХИМИИ

Метод определения неионогенного поверхностно-активного вещества

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Обществом с ограниченной ответственностью «Научно-исследовательский институт бытовой химии «Росса» (ООО «Росса НИИБХ»), Техническим комитетом по стандартизации ТК 354 «Бытовая химия»

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 527 «Химия»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2013 г. № 44)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1907-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32466—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 51018—97*

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

* Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1907-ст ГОСТ Р 51018—97 отменен с 1 января 2015 г.

© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТОВАРЫ БЫТОВОЙ ХИМИИ

Метод определения неионогенного поверхностно-активного вещества

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

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на товары бытовой химии (далее — средства) в виде жидкостей, в том числе загущенных, суспензий, паст, порошков и устанавливает метод количественного определения неионогенного поверхностно-активного вещества (НПАВ), в том числе в пересчете на оксиэтиленовые группы (ОЭГ), в диапазоне измерений массовой доли от 1,5 % до 45,0 %.

Стандарт распространяется только на НПАВ, представляющие собой полиоксиэтиленгликолевые эфиры спиртов и фенолов, и не распространяется на средства, содержащие окислители или восстановители.

Сущность метода заключается в осаждении НПАВ в водно-спиртовой солянокислой 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 нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ OIML R 111-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Гири классов точности E_1, E_2, F_1, F_2, M_1, M_{1-2}, M_2, M_{2-3} и M_3. Часть 1. Метрологические и технические требования

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

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

ГОСТ 6709[1)] Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 18300[2)] Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 24104[3)] Весы лабораторные. Общие технические требования

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

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

ГОСТ 27025 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

[1)] Заменен на ГОСТ Р 58144—2018.

[2)] Заменен на ГОСТ Р 55878—2013.

[3)] Заменен на ГОСТ Р 53228—2008.

Издание официальное

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

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru казателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие указания

3.1 Общие указания по проведению измерений — по ГОСТ 27025.

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

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Иономер, обеспечивающий измерение потенциала измерительного электрода в интервале от плюс 500 до минус 500 мВ с погрешностью в пределах ± 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 в пределах от 185 °С до 190 °С.

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

Часы.

Весы лабораторные высокого (II) класса точности с ценой деления 0,1 мг и наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104 или весы с неавтоматическим установлением показаний высокого (II) класса точности с действительной ценой деления 0,05 мг и максимальной нагрузкой 200 г.

Набор гирь (1—100 г) F1 по ГОСТ OIML R 111-1.

Бюретка 1-2-2-5-0,02 по ГОСТ 29251.

Пипетка 2-2-2-5 по ГОСТ 29227.

Пипетки 1-2-1, 2-2-2 по ГОСТ 29169.

Цилиндры 1-10-2, 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.

Ступка 5 с пестиком 3 по ГОСТ 9147.

Эксикатор 2-190 по ГОСТ 25336.

Вставка для эксикатора 1-175 по ГОСТ 9147.

Стекло часовое.

Кальций хлорид обезвоженный, прокаленный при температуре 250 °С — 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, раствор молярной концентрации $c(H_7[P(Mo_2O_7)_6]\cdot XH_2O)$ = = 0,01 моль/дм^3 (0,01 М).

Диантипирилметан, 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, или государственный стандартный образец (ГСО) соответствующего НПАВ.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

5 Подготовка к выполнению измерений

5.1 Отбор пробы

Отбор пробы — по технической документации на испытуемое средство.

Необходимую для анализа часть представительной пробы отделяют:

- для жидкостей, в том числе загущенных, суспензий и паст — после перемешивания;
- для порошков — после перемешивания, квартования и растирания в ступке до исчезновения гранул и комочков.

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 °С — 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 °С — 190 °С до постоянной массы. Первое взвешивание проводят через 1 ч, последующие — через 30 мин высушивания.

Число молекул кристаллизационной воды X вычисляют по формуле

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

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

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

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

Для этого рассчитанную в граммах до четвертого десятичного знака после запятой массу навески ФМК взвешивают в стакане. Навеску количественно переносят дистиллированной водой в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Раствор ФМК пригоден в течение 6 мес.

5.3 Приготовление раствора диантипирилметана (ДАМ)

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.

Раствор ДАМ пригоден в течение 1 года.

5.4 Приготовление раствора сравнения неионогенного поверхностно-активного вещества (НПАВ)

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

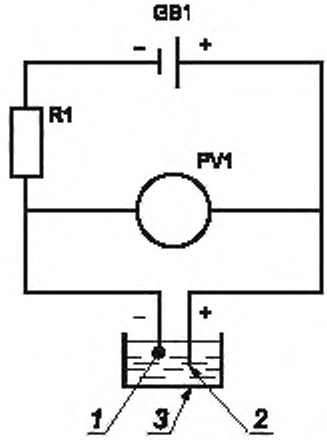
1,0000 г НПАВ взвешивают в стаканчике. Навеску НПАВ из стаканчика количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Раствор сравнения пригоден в течение 2 сут.

5.5 Подготовка установки

Установку для потенциометрического 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, GB1 — источник постоянного тока, R1 — резистор или набор резисторов, PV1 — иономер

Рисунок 1 — Электрическая схема установки для 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 и определение фактора пересчета *f* объема раствора ДАМ молярной концентрации 0,03 моль/дм^3 в объем раствора ФМК молярной концентрации 0,01 моль/дм^3

В стакан вместимостью 50 см^3 вносят цилиндрами 5 см^3 раствора соляной кислоты, 5 см^3 воды, 18 см^3 этилового спирта и 1,0 см^3 раствора ФМК пипеткой 1-2-1 по ГОСТ 29169. Стакан устанавливают на магнитную мешалку, помещают в него магнитную вертушку, опускают электроды и титруют раствором ДАМ при интенсивном перемешивании. Объем первой порции титранта должен быть на 0,5 см^3 меньше эквивалентного (устанавливают по результатам предварительного титрования). Затем титрант добавляют порциями по 0,1 см^3, а вблизи точки эквивалентности — по 0,02 см^3.

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. За результат титрования принимают среднеарифметическое значение объема раствора ДАМ (см^3), израсходованного на титрование 1 см^3 раствора ФМК (фактор пересчета).

5.7 Подготовка пробы

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 Выполнение измерений

В стакан с пробой средства, подготовленной по 5.7, добавляют цилиндрами 5 см^3 раствора соляной кислоты, 3 см^3 раствора хлорида бария, 21 см^3 этилового спирта и пипеткой 4,0 см^3 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 см^3 раствора сравнения соответствующего НПАВ, отмеренного пипеткой (при определении массовой доли НПАВ в пересчете на оксиэтиленовые группы титрование не проводят).

Проводят второе определение, используя новую навеску анализируемого средства.

7 Обработка результатов измерений

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

$$X_1 = \frac{\left(4 - \frac{V}{f}\right) 0{,}02}{\left(4 - \frac{V_1}{f}\right) m_2} 100 . \qquad (3)$$

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

$$X_2 = \frac{\left(4 - \frac{V}{f}\right) 0{,}00662}{m_2} 100 , \qquad (4)$$

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

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

f — фактор пересчета объема раствора ДАМ молярной концентрации 0,03 моль/дм^3 в объем раствора ФМК молярной концентрации 0,01 моль/дм^3 (определяют по 5.6);

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

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

V_1 — объем раствора ДАМ молярной концентрации 0,03 моль/дм^3, израсходованный на титрование 2 см^3 раствора сравнения НПАВ, см^3;

m_2 — масса навески средства, г.

Проводят оперативный контроль повторяемости (сходимости) при каждом измерении путем сравнения расхождения между результатами определений с допускаемым расхождением, указанным в таблице 1. Если полученное значение превышает допускаемое расхождение, проводят третье определение. Если после этого расхождение между наибольшим и наименьшим результатами определений превышает допускаемое расхождение, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

За результат измерения принимают среднеарифметическое значение результатов двух определений, полученных в условиях повторяемости (сходимости), абсолютное значение расхождения между которыми при доверительной вероятности 0,95 не превышает значений, указанных в таблице 1.

Таблица 1 — В процентах

Массовая доля НПАВ	Границы интервала, в котором абсолютная погрешность измерения находится с вероятностью 0,95	Допускаемое абсолютное значение расхождения между результатами двух определений, полученных в условиях повторяемости (сходимости)
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

Результат измерения округляют до первого десятичного знака.

8 Метрологические характеристики

Границы интервала, в котором абсолютная погрешность измерения находится с доверительной вероятностью 0,95, приведены в таблице 1.

УДК: 661.185.6.001.4:006.354 МКС 71.040.40

Ключевые слова: товары бытовой химии, метод определения, массовая доля, неионогенное поверхностно-активное вещество

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 23.04.2019. Подписано в печать 03.07.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31. к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru