МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 4323— 2021

Мыло

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРИДОВ

Потенциометрический метод

(ISO 4323:2018, IDT)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2023

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 Республиканским государственным предприятием на праве хозяйственного ведения «Казахстанский институт стандартизации и метрологии» Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан на основе собственного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Комитетом технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 9 декабря 2021 г. № 60-2021)

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
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 сентября 2023 г. № 1020-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 4323—2021 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 февраля 2024 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 4323:2018 «Мыло. Определение содержания хлоридов. Потенциометрический метод» («Soaps — Determination of chloride content — Potentiometric method», IDT).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом ISO/TC 91, «Вещества поверхностно-активные» Международной организации по стандартизации (ISO).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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»

© ISO, 2018
© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2023



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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Принцип 1
5 Реактивы 1
6 Оборудование 2
7 Отбор проб 2
8 Процедура 2
8.1 Измерение температуры 2
8.2 Градуировка раствора нитрата серебра 2
8.3 Определение 3
9 Обработка результатов 4
10 Протокол испытания 4
Приложение А (справочное) Пример расчета V_{EQ} 5
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам 6

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

Мыло

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРИДОВ

Потенциометрический метод

Soaps. Determination of chloride content. Potentiometric method

Дата введения — 2024—02—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает потенциометрический метод для определения содержания хлоридов в мыле, содержащем или не содержащем другие поверхностно-активные вещества, а также составные вещества.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты [для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения)]:

ISO 385, Laboratory glassware — Burettes (Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки)

ISO 8212, Soaps and detergents — Techniques of sampling during manufacture (Мыло и поверхностно-активные вещества. Методы отбора проб в процессе производства)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением.

ISO и IEC поддерживают терминологические базы данных для использования в стандартизации по следующим адресам:

- платформа онлайн-просмотра ISO: доступна по адресу gost.e-ecolog.ru ;
- Электропедия IEC: доступна по адресу gost.e-ecolog.ru .

3.1 **содержание хлорида в мыле** (chloride content of soap products): Массовая доля хлорида, выраженная в виде хлорида натрия в процентах, определенного в соответствии с методом, описанным в настоящем стандарте.

4 Принцип

Потенциометрическое титрование ионов хлорида (Cl^-) стандартным раствором нитрата серебра в кислой среде с использованием селективного электрода для определения иона серебра плюс контрольного электрода или комбинированного электрода.

5 Реактивы

Во время анализа используют только реактивы признанного аналитического качества и дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

5.1 Азотная кислота, 6 моль/л раствор.

Издание официальное

5.2 Нитрат серебра, 0,1 моль/л раствор.

8,5 г нитрата серебра растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 500 мл, доводят до метки и перемешивают. Раствор хранят в темной колбе. Перед использованием раствора проводится градуировка раствора нитрата серебра согласно 8.2.

5.3 Нитрат серебра 0,01 моль/л раствор.

Раствор готовят непосредственно перед использованием путем соответствующего разбавления стандартного раствора нитрата серебра (см. 5.2).

5.4 Хлорид натрия, 0,1 моль/л, стандартный контрольный раствор.

Взвешивают 2,922 г с точностью до 0,001 г хлорида натрия, предварительно высушенного в течение 2 ч при температуре 105 °С и охлажденного в эксикаторе. Растворяют в небольшом количестве воды и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл. Разбавляют до метки и перемешивают.

Вместо хлорида натрия можно использовать хлорид калия, но вес химического вещества должен быть соответствующим образом скорректирован.

5.5 Хлорид натрия, 0,01 моль/л, стандартный контрольный раствор.

Раствор готовят непосредственно перед использованием путем соответствующего разбавления стандартного контрольного раствора хлорида натрия (см. 5.4).

5.6 Изопропанол.

6 Оборудование

Лабораторное оборудование, а также:

6.1 Потенциометр с чувствительностью 2 мВ в диапазоне от минус 500 мВ до 500 мВ или автотитратор.

6.2 Электрод, серебряный ион-селективный электрод (ISE) с электродом сравнения с двойным соединением (10 % KNO_3 во внешнем соединении и насыщенный AgCl во внутреннем соединении) или комбинированный электрод.

6.3 Электромагнитная мешалка.

6.4 Бюретка вместимостью 50 мл, в соответствии с требованиями ISO 385, класс А.

6.5 Мелкая терка или другая аналогичная дробилка.

7 Отбор проб

Отбор проб должен производиться в соответствии с ISO 8212. Мыльный брус натирают на мелкой терке (см. 6.5). По крайней мере, половина куска должна быть натерта на терке, чтобы обеспечить полную представительность пробы. Во избежание потери влаги пробу тертого мыла следует хранить в герметичном контейнере.

8 Процедура

8.1 Измерение температуры

Чтобы уменьшить влияние теплового и электрического гистерезиса, следует позаботиться о том, чтобы температура электродов, вода, используемая для промывания, стандартные растворы и испытуемый раствор были схожи. Температуры стандартных растворов и испытуемого раствора не должны отличаться более чем на 1 °С. Температура измерения должна составлять 25 °С.

8.2 Градуировка раствора нитрата серебра

8.2.1 Титрование

5,00 мл и 10,00 мл соответствующего стандартного контрольного раствора хлорида натрия (см. 5.4 или 5.5) помещают в два чистых, сухих сосуда удобной емкости (например, 150 мл). Проводят следующее титрование содержимого каждого сосуда.

После подкисления раствором азотной кислоты (см. 5.1) добавляют количество воды, достаточное для доведения общего объема до примерно 100 мл.

Поддержание пробы при более низком pH может предотвратить взаимодействие иона серебра с OH^- с образованием преципитата оксида серебра (Ag_2O), минимизировать влияние других анионных

ионов (таких как жирные кислоты) на образование хлорида серебра AgCl и улучшить связывание между титрантом и аналитом.

Полученный раствор размешивают и погружают комбинированный электрод или ион-селективный электрод серебра и контрольный электрод (см. 6.2), электрод подключают к потенциометру (см. 6.1) и, после проверки нулевой точки прибора, отмечают значение потенциала.

Из бюретки (см. 6.4) порциями добавляют по 1 мл раствора нитрата серебра (см. 5.2 или 5.3), имеющего такую же нормальность, что и стандартный контрольный раствор хлорида натрия (см. 5.4 или 5.5). После каждого добавления ждут стабилизации потенциала.

Добавленные объемы и соответствующие значения потенциала записывают в первых двух графах таблицы (см. таблицу А.1).

При приближении к конечной точке титрования продолжают добавлять раствор нитрата серебра порциями по 0,1 мл для раствора 0,01 моль/л или 0,05 мл для раствора 0,1 моль/л.

В третьей графе таблицы записывают последовательные приращения $\Delta_1 E$ потенциала E.

В четвертой графе записывают различия $\Delta_2 E$, положительные или отрицательные, между потенциальными приращениями $\Delta_1 E$.

Окончание титрования соответствует добавлению порции 0,1 мл или 0,05 мл раствора нитрата серебра, что дает максимальное значение $\Delta_1 E$.

Чтобы рассчитать точный объем V_{EQ} раствора нитрата серебра, соответствующего концу реакции, используют формулу:

$$V_{EQ} = V_0 + V_1 \cdot \frac{b}{B}, \quad (1)$$

где V_0 — объем раствора нитрата серебра (см. 5.2 или 5.3), непосредственно меньший, чем объем, который дает максимальный прирост $\Delta_1 E$, мл;

V_1 — объем последней порции добавленного раствора нитрата серебра (см. 5.2 или 5.3) (0,05 или 0,1 мл соответственно), мл;

b — последнее положительное значение $\Delta_2 E$;

B — сумма абсолютных значений окончательного положительного значения $\Delta_2 E$ и первого отрицательного значения $\Delta_2 E$ (дополнительную информацию см. в приложении А).

Если эксперимент проводится автотитратором, прибор автоматически отобразит значение V_{EQ} после достижения конечной точки.

8.2.2 Расчет нормальности раствора

Нормальность T раствора нитрата серебра определяется по формуле

$$T = T_0 \cdot \frac{5}{V_2 - V_3}, \quad (2)$$

где T_0 — нормальность стандартного контрольного раствора хлорида натрия (см. 5.4 или 5.5);

V_2 — значение V_{EQ}, соответствующее титрованию 10 мл стандартного контрольного раствора хлорида натрия, мл (см. 5.4 или 5.5);

V_3 — значение V_{EQ}, соответствующее титрованию 5 мл стандартного контрольного раствора хлорида натрия, мл (см. 5.4 или 5.5);

5 — разница между двумя используемыми объемами стандартного контрольного раствора хлорида натрия, мл (см. 5.4 или 5.5).

8.3 Определение

8.3.1 Анализируемая проба

Растворы реактивов и анализируемую пробу отбирают в соответствии с ожидаемым содержанием хлорида, как указано в таблице 1.

Таблица 1 — Отбор растворов реактивов и анализируемой пробы

Ожидаемое содержание хлоридов w, %	Раствор нитрата серебра	Масса анализируемой пробы
Менее 0,1	0,01 моль/л (см. 5.3)	от 1 г—10 г
Более 0,1	0,1 моль/л (см. 5.2)	от 1 г—3 г

С точностью до 0,001 г отмеряют соответствующую анализируемую пробу в сосуд для титрования. Добавляют 50 мл воды и 50 мл изопропанола (см. 5.6). Раствор пробы перемешивают и нагревают до растворения всех частиц мыла. Добавляют 5 мл раствора азотной кислоты (см. 5.1) и охлаждают испытуемый раствор до 25 °С.

Примечание — Ответственность за проверку работоспособности системы водоснабжения на образцах лежит на аналитике, если в качестве растворителя используется только вода.

8.3.2 Титрование

Титруют раствором нитрата серебра (см. 5.2 или 5.3), соответствующим ожидаемому содержанию хлорида, и отмечают конечную точку реакции в соответствии с инструкциями, приведенными в 8.2. Рассчитывают V_{EQ} в соответствии с формулой в 8.2.1.

Если эксперимент проводится автотитратором, прибор автоматически отобразит значение V_{EQ} после достижения конечной точки.

8.3.3 Контрольное испытание

Контрольное испытание проводят с 50 мл воды, 50 мл изопропанола (см. 5.6) и 5 мл раствора азотной кислоты (см. 5.1), аналогично испытанию анализируемой пробы, описанному в п. 8.3.1.

9 Обработка результатов

Содержание хлоридов, выраженное в процентах по массе хлорида натрия, рассчитывают, используя формулу

$$w = \frac{5{,}85 \cdot T \cdot (V_4 - V_5)}{m}, \quad (3)$$

где T — нормальность раствора нитрата серебра, рассчитанная в соответствии с 8.2.2;

V_4 — значение V_{EQ}, соответствующее определению по 8.3.2, мл;

V_5 — объем, соответствующий контрольному испытанию, мл (см. 8.3.3);

m — масса анализируемой пробы, г (см. 8.3.1).

10 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

b) ссылку на используемый метод (ссылка на настоящий стандарт, включая год его публикации);

c) результаты и используемый метод обработки;

d) условия испытаний;

e) любые оперативные данные, не указанные в настоящем стандарте, на которые делается ссылка, или которые рассматриваются как необязательные, а также все случаи, которые могли повлиять на результаты.

Приложение А
(справочное)

Пример расчета V_{EQ}

Таблица А.1 — Пример

Объем раствора нитрата серебра (см. 5.3) V, мл	Потенциал E, мВ	$\Delta_1 E$	$\Delta_2 E$
0,80	176	—	—
0,90	211	35	—
1,00	283	72	+37
1,10	306	23	–49
1,20	319	13	–10
$V_{EQ} = 0,9 + 0,1 \cdot \frac{37}{37 + 49} = 0,943.$			

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 385	MOD	ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) «Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования»
ISO 385	MOD	ГОСТ 29252—91 (ИСО 385-2—84) «Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без установленного времени ожидания»
ISO 385	MOD	ГОСТ 29253—91 (ИСО 385-3—84) «Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 3. Бюретки со временем ожидания 30 с»
ISO 8212	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

- MOD — модифицированные стандарты.

УДК 667.612.6 МКС 71.100.40 IDT

Ключевые слова: мыло, содержание хлоридов, проведение испытаний

Редактор *В.Н. Шмельков*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 02.10.2023. Подписано в печать 17.10.2023. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,20.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
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