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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
33091—
2014**

ТОВАРЫ БЫТОВОЙ ХИМИИ

Методы определения массовой доли кислот

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

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 354 «Бытовая химия»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2014 г. № 72-П)

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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Туркменистан	TM	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 мая 2015 г. № 513-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33091—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации 1 марта 2016 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 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»

© Стандартинформ, оформление, 2015, 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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие указания 2
4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы 2
5 Подготовка к выполнению измерений 3
6 Выполнение измерений 6
7 Обработка результатов измерений 6
8 Метрологические характеристики 7

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТОВАРЫ БЫТОВОЙ ХИМИИ

Методы определения массовой доли кислот

Goods of household chemistry. Methods for determination of acids mass fraction

Дата введения — 2016—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на товары бытовой химии (далее — средства), предназначенные для чистки унитазов, в состав которых входит известная кислота или смесь известных кислот, в виде жидкостей, в том числе загущенных, порошков и устанавливает методы количественного определения кислот(ы) (или общей кислотности) в диапазоне массовой доли от 1,0 % до 21,0 %.

Методы определения основаны на:

- реакции нейтрализации кислых растворов средств раствором гидроксида натрия;
- окислительно-восстановительном титровании щавелевой кислоты марганцовокислым калием в сернокислой среде.

Определение проводят для средств, имеющих показатель активности водородных ионов водного раствора средства с массовой долей 1 % не более 3,5 единиц pH.

Настоящий стандарт не предназначен для селективного определения каждой кислоты в смеси кислот.

Метод окислительно-восстановительного титрования не применим для определения массовой доли щавелевой кислоты в присутствии гидроксикислот (например, лимонной, молочной).

Количественному определению массовой доли кислот может мешать присутствие в средстве других компонентов. Возможные методы их устранения должны быть указаны в технической документации на средство.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ OIML R 111-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Гири классов 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 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4919.1 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 6709* Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10678 Кислота ортофосфорная термическая. Технические условия

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

Издание официальное

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 20490 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

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 25794.2 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

ГОСТ 27025 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

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

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

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 о указателям 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 испытаний — 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

Весы с неавтоматическим установлением показаний высокого (II) класса точности с действительной ценой деления 0,05 мг и максимальной нагрузкой 200 г по ГОСТ OIML R 76-1.

Набор гирь (1 г—100 г) F_1 по ГОСТ OIML R 111-1.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерений температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Пипетки 2-2-10, 2-2-25, 2-2-50, 2-2-100 по ГОСТ 29169.

Бюретка 1-3-2-50-0,1 по ГОСТ 29251.

Колба 1-250-2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336.

Воронка В-56-80 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 3-25-2, 3-100-2 по ГОСТ 1770.

Стакан Н-1-250 ТХС по ГОСТ 25336.

Стаканчик СВ-24/10 по ГОСТ 25336.

Ступка 5 с пестиком 3 по ГОСТ 9147.

Секундомер.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Иономер, обеспечивающий измерение показателя активности водородных ионов от 0 до 12 pH с пределами допускаемой основной погрешности ±0,05 pH, с ценой деления шкалы не более 0,05 pH.

Электрод стеклянный ЭСЛ-43-07 или ЭСЛ-63-07, или ЭС 10601.

Электрод вспомогательный лабораторный ЭВЛ-1М3 или ЭСр-10101.

Мешалка магнитная.

Индикатор смешанный (смесь равных объемов спиртовых растворов метилового красного и метиленового голубого), приготовленный по ГОСТ 4919.1.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор молярной концентрации c (1/5 $KMnO_4$) = = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н), приготовленный по ГОСТ 25794.2.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная в объемном отношении кислота — вода 1:4.

Натрия гидроокись (гидроксид) по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации c (NaOH) = = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н), приготовленный по ГОСТ 25794.1.

Метиловый красный (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1.

Фенолфталеин (индикатор), раствор массовой концентрации 10 г/дм^3 в 70 %-ном растворе спирта или спиртовой раствор с массовой долей 1 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1.

Бромкрезоловый зеленый, 0,2 %-ный раствор, приготовленный по ГОСТ 10678.

Фильтр обеззоленный «синяя лента».

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 — после перемешивания;
- для порошков — после перемешивания, квартования и растирания в ступке до исчезновения гранул и комочков.

Для определения массовой доли одной кислоты масса навески средства, аликвота раствора пробы (при разведении), применяемые индикатор и титрант, способ подготовки пробы указаны в таблице 1.

Для определения массовой доли смеси кислот или общей кислотности методом нейтрализации масса навески средства, аликвота раствора пробы (при разведении), применяемый индикатор и способ подготовки пробы указаны в таблице 2.

Навеску средства взвешивают в стаканчике. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

При титровании на pH-метре навеску средства взвешивают в стакане Н-1-250.

5.2 Подготовка пробы

5.2.1 Подготовка пробы без разведения

Навеску средства из стаканчика количественно переносят в коническую колбу 50—60 см^3 дистиллированной воды, отмеренной цилиндром, и перемешивают.

Допускается навеску средства взвешивать в конической колбе, добавляя затем необходимое количество дистиллированной воды.

5.2.2 Подготовка пробы с разведением

Навеску средства из стаканчика количественно переносят в мерную колбу 1-250-2 дистиллированной водой, нагретой до 50 °С—60 °С, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Растворы абразивных средств отстаивают в течение 15—20 мин или отфильтровывают до объема фильтрата 120—150 см^3.

Пипеткой берут аликвоту (V_1) полученного раствора пробы в соответствии с таблицей 1 или 2 и переносят в коническую колбу.

5.2.3 Подготовка пробы для титрования на pH-метре

К навеске средства в стакане добавляют 100—150 см^3 воды и тщательно перемешивают.

Таблица 1 — Условия проведения титрования средств, содержащих одну кислоту

Наименование кислоты, формула	Молярная масса эквивалента, г/моль	Титрант молярной концентрации 0,1 моль/дм^3	Массовая доля кислоты в средстве, %	Способ подготовки пробы средства	Масса навески средства, г	Аликвота раствора пробы (V_1), см^3	Применяемый индикатор
1 Хлористоводородная (соляная) HCl	36,46	NaOH	3—7	Без разведения	2,0—1,0	Без аликвоты	Смешанный индикатор или метиловый красный
			7—15	С разведением	2,5—2,0	50	
2 Ортофосфорная H_3PO_4	98,00	NaOH	3—21	Без разведения	3,0—0,5	Без аликвоты	Без индикатора, титрование на pH-метре до 4,6 pH*
3 Сульфаминовая (амидосульфоновая, амидосерная) HNH_2SO_3	97,10	NaOH	3—10	Без разведения	3,0—1,0	Без аликвоты	Смешанный индикатор или метиловый красный, или фенолфталеин
4 Лимонная моногидрат $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$	70,05	NaOH	2—5	Без разведения	3,0—2,5	Без аликвоты	Фенолфталеин
			5—21		1,5-0,5	Без аликвоты	
5 Щавелевая 2-водная $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$	63,03	$KMnO_4$	1—3	С разведением	5,5—5,0	100	Без индикатора
			3—9		4,5—3,0	50 или 100	
6 Щавелевая безводная $H_2C_2O_4$	45,03	$KMnO_4$	10—15	С разведением	4,5—5,0	25	Без индикатора

* Допускается применять индикатор бромкрезоловый зеленый, приготовленный по ГОСТ 10678, при отсутствии мешающего влияния красителей, содержащихся в рецептуре.

Таблица 2 — Условия проведения титрования средств, содержащих смесь кислот, определяемых методом нейтрализации

Наименование кислот	Наименование кислоты, на которую производят расчет	Массовая доля условно рассчитанной кислоты в средстве, %	Масса навески средства, г	Способ подготовки пробы средства	Аликвота раствора пробы (V_1), см^3	Применяемый индикатор
1 Щавелевая и сульфаминовая	Сульфаминовая кислота	8—18	5,0—4,0	С разведением	50	Фенолфталеин
2 Щавелевая и ортофосфорная	Ортофосфорная кислота	10—18	5,0—3,0	С разведением	50	Смешанный индикатор
3 Щавелевая и лимонная	Лимонная кислота	5—10	1,5—1,0	Без разведения	Без аликвоты	Фенолфталеин
4 Ортофосфорная и сульфаминовая	Ортофосфорная кислота	3—8	3,0—2,0	Без разведения	Без аликвоты	Смешанный индикатор
		8—20	5,0—3,0	С разведением	50	
5 Лимонная и молочная	Лимонная кислота	5—10	1,5—1,0	Без разведения	Без аликвоты	Фенолфталеин
6 Сульфаминовая и лимонная	Сульфаминовая кислота	5—15	1,2—0,8	Без разведения	Без аликвоты	Фенолфталеин

Примечания

1 При массовом отношении кислот (1:1) массовую долю условно рассчитывают на кислоту с большей молярной массой эквивалента. В других случаях расчет ведут на ту кислоту, массовая доля которой в смеси кислот больше.

2 Допускается использование других индикаторов, указанных в технической документации на испытуемое средство.

6 Выполнение измерений

6.1 Титрование методом нейтрализации

В колбу с пробой средства, подготовленной по 5.2.1 или 5.2.2 настоящего стандарта, добавляют раствор индикатора в соответствии с таблицей 1 или 2 и титруют раствором гидроксида натрия до изменения окраски раствора:

- от фиолетово-красной до зеленой со смешанным индикатором;
- от красной до желтой с индикатором метиловым красным;
- до розовой, неисчезающей в течение 30 с, с индикатором фенолфталеином;
- до зелено-голубой с индикатором бромкрезоловым зеленым.

6.1.1 Титрование ортофосфорной кислоты

Стакан с пробой средства, подготовленной по 5.2.3, устанавливают на магнитную мешалку, помещают в него магнитную вертушку и опускают электроды иономера. Титруют раствором гидроксида натрия до 4,6 pH. В конце титрование ведут медленно, тщательно перемешивая содержимое стакана.

Допускается проводить титрование ортофосфорной кислоты с индикатором бромкрезоловым зеленым.

6.1.2 Проводят второе определение, используя новую навеску анализируемого средства.

6.2 Окислительно-восстановительное титрование щавелевой кислоты

В коническую колбу с пробой средства, подготовленной по 5.2.2, приливают отмеренные цилиндром 10 см^3 раствора серной кислоты, раствор нагревают до 75—80 °С и в горячем состоянии содержимое колбы титруют раствором марганцовокислого калия до появления розового окрашивания, не исчезающего в течение 15 с.

Проводят второе определение, используя новую навеску анализируемого средства.

7 Обработка результатов измерений

7.1 Массовую долю кислот(ы), определяемых методом нейтрализации, (или общую кислотность) X, %, вычисляют по формулам

- при подготовке пробы средства по 5.2.1 (без разведения)

$$X = \frac{V \cdot T}{m} \cdot 100; \quad (1)$$

- при подготовке пробы средства по 5.2.2 (с разведением)

$$X = \frac{V \cdot T \cdot 250}{m \cdot V_1} \cdot 100, \quad (2)$$

где V — объем раствора гидроксида натрия молярной концентрации точно c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

m — масса навески средства, г;

250 — вместимость мерной колбы, см^3;

V_1 — аликвота раствора пробы, подготовленной по 5.2.2, см^3;

T — масса кислоты в граммах, соответствующая 1 см^3 раствора гидроксида натрия молярной концентрации точно c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, г/см^3:

- 0,00355 — хлористоводородной,
- 0,0098 — ортофосфорной,
- 0,0097 — сульфаминовой,
- 0,0070 — лимонной моногидрата.

7.2 Массовую долю щавелевой кислоты, определяемой методом окислительно-восстановительного титрования, X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot T \cdot 250}{m \cdot V_1} \cdot 100, \quad (3)$$

где V — объем раствора марганцовокислого калия молярной концентрации точно c (1/5 $KMnO_4$) = = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

m — масса навески средства, г;

250 — вместимость мерной колбы, $см^3$;

V_1 — аликвота раствора пробы, подготовленной по 5.2.2, $см^3$;

T — масса щавелевой кислоты в граммах, соответствующая 1 $см^3$ раствора марганцовокислого калия молярной концентрации точно c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/$дм^3$, г/$см^3$:

- 0,0063 — щавелевой 2-водной,
- 0,0045 — щавелевой безводной.

7.3 Проводят оперативный контроль повторяемости (сходимости) при каждом измерении путем сравнения расхождения между результатами двух определений с указанным в таблице 3 допускаемым расхождением. Если полученное значение превышает допускаемое расхождение, проводят третье определение. Если после этого расхождение между близкими результатами из трех определений превышает допускаемое расхождение, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов определений, полученных в условиях повторяемости (сходимости), абсолютное значение расхождения между которыми при доверительной вероятности 0,95 не превышает значений, указанных в таблице 3.

Таблица 3

Массовая доля кислоты (или общая кислотность), %	Границы интервала погрешности измерения	Допускаемое значение расхождения между результатами двух определений, полученных в условиях повторяемости (сходимости)
От 1,0 до 7,0 включ.	±0,2 % абс.	0,3 % абс.
Св. 7,0 » 21,0 »	±0,4 % абс.	0,4 % абс.

Результаты измерения в процентах округляют до первого десятичного знака.

8 Метрологические характеристики

Границы интервала, в котором погрешность измерения находится с вероятностью 0,95, приведены в таблице 3.

УДК 661.185.6.001.4:006.354 МКС 71.040.40

Ключевые слова: товары бытовой химии, метод определения, кислота(ы)

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 01.04.2019. Подписано в печать 19.04.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении 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