ГОСТ Р 51021—97

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ТОВАРЫ БЫТОВОЙ ХИМИИ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СМЫВАЕМОСТИ С ПОСУДЫ

Издание официальное

БЗ 9—96/369

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Техническим комитетом ТК 354 «Бытовая химия»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 29 января 1997 г. № 26

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1997

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Определение массовой концентрации анионных поверхностно-активных веществ в контрольном смыве 2
4 Определение массовой концентрации неионогенных поверхностно-активных веществ в контрольном смыве 7
Приложение А Библиография 11

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Товары бытовой химии

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СМЫВАЕМОСТИ С ПОСУДЫ

Goods of household chemistry Method for determination of washing down the plates

Дата введения 1998—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на товары бытовой химии (средства чистящие, предназначенные для мытья посуды) и устанавливает метод определения смываемости с посуды анионных поверхностно-активных веществ (АПАВ) в пересчете на додецилсульфат натрия или неионогенных поверхностно-активных веществ (НПАВ) в пересчете на неонол АФ Б-12 или неонол АФ 9-12.

Сущность метода заключается в определении в контрольном смыве остаточной массовой концентрации АПАВ или НПАВ.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4198—75 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

Издание официальное

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

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 22159—76 Реактивы. Гидразин солянокислый. Технические условия

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 27025—86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 27067—86 Реактивы. Аммоний роданистый. Технические условия

ГОСТ 27384—87 Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств

ГОСТ 28390—89 Изделия фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 29169—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть I. Общие требования

3 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ АНИОННЫХ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ В КОНТРОЛЬНОМ СМЫВЕ

Определение основано на образовании окрашенного в синий цвет комплексного соединения АПАВ с азуром I, экстракции его хлороформом и последующем фотометрическом измерении оптической плотности хлороформного раствора.

3.1 Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

3.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные общего назначения 2-го и 4-го классов точности по ГОСТ 24104 с наибольшими пределами взвешивания 200 г и 1 кг соответственно.

Фотоэлектроколориметр любого типа, обеспечивающий измерение оптической плотности при длине волны (590±10) нм.

Секундомер СОПпр-2а-3-000 по нормативному документу [1] (приложение А).

Часы.

Цилиндры 3-25-2, 3-100-2, 1-1000-2 по ГОСТ 1770.

Колбы 1-100-2, 1-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-2-1, 1-2-2 по ГОСТ 29169.

Пипетки 2-2-2-5, 2-2-2-10 по ГОСТ 29227.

Стаканчик СВ-24/10 по ГОСТ 25336.

Ступка 2 с пестиком 1 по ГОСТ 9147.

Пробирка П-2-20-14/23 ХС по ГОСТ 1770.

Воронка ВД-1-250 ХС по ГОСТ 25336.

Воронка В-36-50 ХС по ГОСТ 25336.

Чашка выпарительная 5 по ГОСТ 9147.

Эксикатор 2-140 по ГОСТ 25336.

Баня водяная.

Чашка фарфоровая или блюдце фарфоровое по ГОСТ 28390 площадью поверхности 300—400 см^2.

Кастрюля эмалированная вместимостью 1,5—2,0 дм^3.

Губка размером 5×5×1 см.

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Хлороформ по ГОСТ 20015 или хлороформ фармакопейный.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, раствор молярной концентрации c (KH_2PO_4) = 0,01 моль/дм^3 (0,01 М).

Азур 1 по нормативному документу [2].

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.д.а., раствор молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.).

Натрий додецилсульфат по нормативному документу [3].

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

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

3.3 Подготовка к анализу

3.3.1 *Отбор пробы*

Отбор пробы — по нормативному документу на анализируемое средство.

Представительную пробу тщательно перемешивают.

3.3.2 *Приготовление раствора азура I*

Азур I растирают в ступке.

(40±5) мг азура I растворяют в 5 см^3 раствора серной кислоты в *мерной колбе вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора водой* до метки и перемешивают.

3.3.3 *Приготовление раствора додецилсульфата натрия массовой концентрации 0,1 мг/см^3*

Раствор готовят из додецилсульфата натрия с известной массовой долей основного вещества.

Массу додецилсульфата натрия, необходимую для приготовления раствора m, г, рассчитывают по формуле

$$m = \frac{0{,}1 \cdot V \cdot 100}{C \cdot 1000}, \qquad (1)$$

где 0,1 — массовая концентрация додецилсульфата натрия в растворе, мг/см^3;

V — объем мерной колбы, используемой для приготовления раствора, см^3;

C — массовая доля основного вещества в додецилсульфате натрия, %.

аствор пригоден в течение 2 сут.

3.3.4 Приготовление раствора додецилсульфата натрия массовой концентрации 0,01 мг/см^3

Пипеткой отбирают 10 см^3 раствора, приготовленного по 3.3.3 настоящего стандарта, и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Применяют свежеприготовленный раствор.

3.3.5 *Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика готовят растворы сравнения.

Для этого в делительную воронку вносят пипеткой 1,0 см^3 раствора додецилсульфата натрия, приготовленного по 3.3.4 настоящего стандарта, доводят объем раствора дистиллированной водой до 100 см^3, добавляют 25 см^3 раствора однозамещенного фосфорнокис-

лого калия, 3 $см^3$ раствора серной кислоты, 1 $см^3$ раствора азура 1, 20 $см^3$ хлороформа и встряхивают в течение 2 мин.

После разделения слоев хлороформный слой сливают с помощью лабораторной воронки, в которую помещают небольшой кусочек ваты, смоченный хлороформом и тщательно отжатый для удаления его избытка, в пробирку с притертой пробкой. Вату промывают хлороформом и доводят объем экстракта до 20 $см^3$.

Процедуру повторяют с 1,5; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 $см^3$ раствора додецилсульфата натрия.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий додецилсульфата натрия.

Оптическую плотность приготовленных хлороформных растворов по отношению к контрольному раствору измеряют на фотоэлектроколориметре при длине волны (590±10) нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массу додецилсульфата натрия в миллиграммах в растворах сравнения, а по оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности.

3.3.6 *Подготовка посуды к анализу*

Фарфоровую посуду промывают водой, кипятят в течение 1 ч, протирают этиловым спиртом и вновь тщательно промывают водой.

3.3.7 *Предварительная обработка посуды при мытье жидкими чистящими средствами*

Готовят в эксикаторе раствор анализируемого средства массовой концентрации, указанной в способе его применения, объемом 1 $дм^3$. В два других эксикатора наливают по 1 $дм^3$ дистиллированной воды. Погружают в раствор средства фарфоровую чашку или фарфоровое блюдце и обмывают раствором всю поверхность в течение 3 мин. Затем в двух других эксикаторах посуду последовательно ополаскивают водой в течение 15 с.

3.3.8 *Предварительная обработка посуды при чистке пастообразными или порошкообразными чистящими средствами*

Вычисляют навеску анализируемого средства из расчета 0,23 мг поверхностно-активного вещества, применяемого при изготовлении средства, на 1 $см^2$ поверхности посуды.

В фарфоровую чашку или фарфоровое блюдце помещают навеску

анализируемого средства и чистят всю поверхность посуды губкой в течение 3 мин. В три эксикатора наливают по 1 $дм^3$ дистиллированной воды. В первом эксикаторе смывают губкой чистящее средство с поверхности посуды в течение 30 с, в двух других эксикаторах проводят последовательно ополаскивание водой в течение 15 с.

3.3.9 *Получение контрольного смыва и подготовка его к анализу*

В эмалированную кастрюлю наливают 1 $дм^3$ дистиллированной воды. Фарфоровую посуду, обработанную по 3.3.6 и 3.3.7 или 3.3.8 настоящего стандарта, опускают в кастрюлю и кипятят в течение 1 ч. Смывную воду упаривают в выпарительной чашке на кипящей водяной бане до объема 50 $см^3$. Остаток количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, обмывая всю внутреннюю поверхность чашки несколькими порциями дистиллированной воды, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

3.4 Проведение анализа

В делительную воронку вносят 100 $см^3$ контрольного смыва, добавляют 25 $см^3$ раствора однозамещенного фосфорнокислого калия, 3 $см^3$ раствора серной кислоты, 1 $см^3$ раствора азура I, 20 $см^3$ хлороформа и встряхивают в течение 2 мин.

Далее определение проводят так же, как при построении градуировочного графика по 3.3.5 настоящего стандарта.

В случае, если оптическая плотность полученного экстракта превышает верхнюю границу градуировочного графика, определение повторяют с 50 $см^3$ контрольного смыва.

По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массу додецилсульфата натрия в анализируемом контрольном смыве в миллиграммах.

3.5 Обработка результатов

Массовую концентрацию анионного поверхностно-активного вещества в контрольном смыве в пересчете на додецилсульфат натрия X, $мг/дм^3$, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 100}{V}, \qquad (2)$$

где m — масса додецилсульфата натрия, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем контрольного смыва, взятый для экстракции, $см^3$.

Результаты определений округляют до третьего десятичного знака.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

Норма погрешности анализа не должна превышать требований ГОСТ 27384.

Смываемость анализированного средства с посуды считают удовлетворительной, если полученный результат не превышает ПДК АПАВ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования, равную 0,5 $мг/дм^3$.

4 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ НЕИОНОГЕННЫХ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ В КОНТРОЛЬНОМ СМЫВЕ

Определение основано на экстракции НПАВ хлороформом из смывной воды, образовании в кислой среде комплекса НПАВ с фосфорномолибденовой кислотой в среде минеральной кислоты и роданида аммония и последующем его восстановлении до тиоцианата молибдена, растворимого в хлороформе.

4.1 Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные общего назначения 2-го и 4-го классов точности по ГОСТ 24104 с наибольшими пределами взвешивания 200 г и 1 кг соответственно.

Фотоэлектроколориметр любого типа, обеспечивающий измерение оптической плотности при длине волны (470±10) нм.

Часы.

Колбы 1-25-2, 1-100-2, 1-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-2-1, 1-2-2 по ГОСТ 29169.

Пипетки 2-1-2-1, 2-1-2-2, 2-2-2-5, 2-2-2-10 по ГОСТ 29227.

Цилиндры 3-50-2, 3-100-2 по ГОСТ 1770.

Воронки ВД-1-250 ХС, ВД-1-50 ХС по ГОСТ 25336.

Воронка В-36-50 ХС по ГОСТ 25336.

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.

Хлороформ по ГОСТ 20015 или хлороформ фармакопейный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор в соотношении 1 : 1 (по объему).

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор с массовой долей 10 %.

Кислота фосфорномолибденовая по нормативному документу [4], раствор с массовой долей 10 %.

Гидразин солянокислый по ГОСТ 22159, раствор с массовой долей 10 %.

Неонол АФ Б-12 или неонол АФ 9-12 по нормативному документу [5].

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

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

4.3 Подготовка к анализу

4.3.1 *Отбор пробы*

Отбор пробы — по 3.3.1.

4.3.2 *Приготовление раствора неонола АФ Б-12 или неонола АФ 9-12 массовой концентрации 0,1 мг/см^3*

0,1000 г неонола АФ Б-12 или неонола АФ 9-12 растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Применяют свежеприготовленный раствор.

4.3.3 *Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика готовят растворы сравнения.

Для этого в делительную воронку вместимостью 250 см^3 вносят пипеткой 0,5 см^3 раствора, приготовленного по 4.3.2 настоящего стандарта, доводят объем раствора дистиллированной водой до 100 см^3, добавляют 2 см^3 раствора соляной кислоты, 10 см^3 хлороформа и встряхивают в течение 3 мин. После отстаивания хлороформный слой сливают в делительную воронку вместимостью 50 см^3. Экстракцию повторяют с 10 см^3 хлороформа. Хлороформный слой сливают в ту же делительную воронку. К хлороформному экстракту добавляют 0,2 см^3 раствора соляной кислоты, 0,2 см^3 раствора фосфорномолибденовой кислоты, 0,5 см^3 раствора роданистого аммония и 1,0 см^3 раствора солянокислого гидразина. Содержимое воронки

встряхивают в течение 3 мин. После разделения слоев хлороформный слой сливают с помощью лабораторной воронки, в которую помещают небольшой кусочек ваты, смоченный хлороформом и тщательно отжатый для удаления его избытка, в сухую мерную колбу вместимостью 25 $см^3$. Вату промывают хлороформом и доводят объем экстракта до 25 $см^3$.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность хлороформного раствора по отношению к контрольному раствору на фотоэлектроколориметре при длине волны (470±10) нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм.

Процедуру повторяют с 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 7,0; 10 $см^3$ раствора неонола АФ Б-12 или неонола АФ 9-12, приготовленного по 4.3.2.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий неонола АФ Б-12 или неонола АФ 9-12.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массу неонола АФ Б-12 или неонола АФ 9-12 в миллиграммах в растворах сравнения, а по оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности.

4.3.4 *Предварительная обработка посуды и получение контрольного смыва*

Предварительная обработка посуды и получение контрольного смыва — по 3.3.6 — 3.3.9 настоящего стандарта.

4.4 Проведение анализа

В делительную воронку вместимостью 250 $см^3$ вносят 100 $см^3$ контрольного смыва, добавляют 2 $см^3$ раствора соляной кислоты, 10 $см^3$ хлороформа и встряхивают в течение 3 мин.

Далее определение проводят так же, как при построении градуировочного графика по 4.3.3 настоящего стандарта.

В случае, если оптическая плотность полученного экстракта превышает верхнюю границу градуировочного графика, определение повторяют с 50 $см^3$ контрольного смыва.

По полученному значению оптической плотности пользуясь градуировочным графиком находят массу неонола АФ Б-12 или неонола АФ 9-12 в анализируемом контрольном смыве в миллиграммах.

4.5 Обработка результатов

Массовую концентрацию неионогенных поверхностно-активных

веществ в контрольном смыве в пересчете на неонол АФ Б-12 или неонол АФ 9-12 X_1, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot 100}{V}, \qquad (3)$$

где m — масса неонола АФ Б-12 или неонола АФ 9-12, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем контрольного смыва, взятый для экстракции, см^3.

Результаты определений округляют до третьего десятичного знака.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

Норма погрешности анализа не должна превышать требований ГОСТ 27384.

Смываемость анализируемого средства с посуды считают удовлетворительной, если полученный результат не превышает ПДК НПАВ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования, равную 0,1 мг/дм^3.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(информационное)

БИБЛИОГРАФИЯ

[1] ТУ 25—1894.003—90 Секундомеры механические. Технические условия

[2] ТУ 6—09—4937—80 Азур I

[3] ТУ 6—09—64—75 Додецилсульфокислоты натриевая соль (додециловый эфир серной кислоты, натриевая соль; додецилсульфат натрия; лаурилсульфат натрия) квалификации чистый

[4] ТУ 6—09—3540—78 Кислота фосфорномолибденовая водная х.ч., ч.д.а., ч.

[5] ТУ 38.507—63—300—93 Неонолы (моноалкилфенолы) на основе тримеров пропилена, оксиэтилированные. Неонол АФ 9-4, неонол АФ 9-6, неонол АФ 9-10, неонол АФ Б-10, неонол АФ 9-12, неонол АФ Б-12

УДК 661.185.6.001.4:006.354 ОКС 71.040.40 У29 ОКСТУ 2309

Ключевые слова: товары бытовой химии, смываемость с посуды, определение остаточной массовой концентрации анионных поверхностно-активных веществ, определение остаточной массовой концентрации неионогенных поверхностно-активных веществ

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 19.02.97. Подписано в печать 07.03.97.
Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,75. Тираж 276 экз. С264 Зак. 199.

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru