ГОСТ Р 50346—92
(ИСО 1065—91)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

НЕИОНОГЕННЫЕ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫЕ ВЕЩЕСТВА, ПОЛУЧЕННЫЕ НА ОСНОВЕ ОКИСИ ЭТИЛЕНА И СМЕСИ НЕИОНОГЕННЫХ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ПОМУТНЕНИЯ

Издание официальное

36 руб. БЗ 9—92/957

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.185.001.4:006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

НЕИОНОГЕННЫЕ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫЕ ВЕЩЕСТВА, ПОЛУЧЕННЫЕ НА ОСНОВЕ ОКИСИ ЭТИЛЕНА И СМЕСИ НЕИОНОГЕННЫХ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ

Определение температуры помутнения

Non-ionic surface-active agents obtained from ethylene oxide and mixed non-ionic surface active agents Determination of cloud point

ОКСТУ 2409

ГОСТ Р 50346—92

(ИСО 1065—91)

Дата введения 01.01.94

1. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает пять методов определения точки помутнения неионогенных поверхностно-активных веществ (ПАВ), полученных на основе окиси этилена и смеси неионогенных ПАВ.

Методы А, В и С применяют для неионогенных ПАВ, полученных конденсацией окиси этилена с липофильными соединениями, не имеющих оксипропильных групп. Выбор метода (А, В и С) зависит от температуры, при которой водные растворы продукта становятся мутными.

Методы D и Е используют в случае, если установлено, что методы А, В и С для данного продукта непригодны. Такими продуктами являются для смешанных неионогенных ПАВ, такие как производные блоксополимеров окиси этилена и пропилена.

Выбор метода (D и Е) зависит от температуры, при которой кислые водные растворы продуктов становятся мутными. Метод Е неприменим для продуктов, полученных на основе жирных кислот и эфиров жирных кислот.

Примечание Точку помутнения продуктов на основе жирных кислот и эфиров жирных кислот можно определять только при получении воспроизводимых результатов

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1993

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

2. ВЫБОР МЕТОДА

Примечание Растворы некоторых особо чистых производных окиси этилена в дистиллированной воде имеют настолько малую проводимость, что измерение температуры помутнения становится невозможным В этом случае по достижении точки помутнения раствор не делается гетерогенным, но лишь слегка теряют прозрачность

Измерение температуры помутнения возможно при замене дистиллированной воды на водный раствор хлорида натрия массовой концентрации 234 мг/дм^3.

2.1. Метод А

Метод используют при помутнении водного раствора неионогенного ПАВ в интервале температур 10—90°С, в качестве растворителя применяют дистиллированную воду (п. 7.1).

2.2. Метод В

Метод применяют при температуре помутнения водного раствора неионогенного ПАВ ниже 10°С или если ПАВ плохо растворяется в воде. Измерение проводят в водном растворе *н*-бутилдигликоля с массовой долей 25% (п. 7.2). Данный метод не применим к некоторым ПАВ с малым числом оксиэтильных групп, которые не растворяются в водном растворе *н*-бутилдигликоля с массовой долей 25%.

2.3. Метод С

Метод применяют при помутнении водного раствора неионогенного ПАВ выше 90°С. Измерение проводят в запаянной ампуле, что позволяет повышать давление в ампуле и соответственно температуру выше температуры кипения раствора при атмосферном давлении.

Примечание По согласованию с потребителем допускается определять температуру помутнения в растворе соли, но последний метод менее чувствителен и его результаты трудно сопоставить с результатами, полученными при использовании метода в запаянной ампуле

2.4. Метод D

Метод применяют при температуре помутнения водных растворов неионогенных ПАВ в кислой среде в интервале 10—90°С в растворе соляной кислоты молярной концентрации $c(HCl) = 1{,}0$ моль/дм^3 (п. 7.4).

2.5. Метод Е

Метод применяют, если кислые водные растворы неионогенных ПАВ мутнеют при температуре выше 90°С. Измерение проводят в воде с жесткостью 40 мг/дм^3 ионов Ca^{+2}, содержащей 5% (по массе) бутан-1-ола (п. 7.5).

3. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод заключается в нагревании раствора ПАВ необходимой концентрации до полного помутнения, охлаждении при непрерывном перемешивании и определении температуры, по достижении которой помутнение исчезает.

4. РЕАКТИВЫ

Для проведения анализов применяют только реактивы квалификации «чистый для анализа» и дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

4.1. *Н*-Бутилдигликоль [2-(2-бутоксиэтокси)-этанол], раствор с массовой долей *н*-бутилдигликоля 25%, для метода В. *н*-Бутилдигликоль [C_4H_9—O(CH_2)—O(CH_2)$_2$—OH] должен иметь следующие характеристики:

плотность $\varrho_{20} = 0{,}0954 \pm 0{,}02$ г/см^3;

коэффициент преломления $n_D^{20} = 1{,}432 \pm 0{,}001$;

массовая доля воды не более 0,1%.

Примечание Посторонние примеси в *н*-бутилдигликоле и воде значительно влияют на температуру помутнения

4.2. Кислота соляная, раствор молярной концентрации с (HCl) = = 1,0 моль/дм^3, для метода *D*.

4.3. Бутан-1-ол, раствор с массовой долей 5% в воде с кальциевой жесткостью 40 мг/дм^3 Ca^{+2} ионов, приготовленный в соответствии с ГОСТ 29263 (п. 6), для метода Е.

5. АППАРАТУРА

Обычная лабораторная аппаратура и

5.1. Колба коническая по ГОСТ 25336 вместимостью 250 см^3.

5.2. Термометр с ценой деления шкалы 0,1°С и пределами измерения, соответствующими применяемому методу.

5.3. Цилиндр мерный по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см^3.

5.4. Стакан химический по ГОСТ 25336 вместимостью 1000 см^3, содержащий прозрачную теплопроводную жидкость (например этиленгликоль).

5.5. Пробирка по ГОСТ 25336 вместимостью 25 см^3.

5.6. Ампула из термостойкого стекла с наружным диаметром 14 мм, внутренним диаметром 12 мм и высотой 120 мм.

5.7. Весы аналитические.

5.8. Прибор нагревательный стандартный.

5.9. Мешалка электромагнитная с обогревом.

6. ОТБОР ПРОБ

Отбор и хранение лабораторных проб ПАВ — по ГОСТ 22571.1*.

7. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Температура помутнения зависит как от числа молей окиси этилена, присоединенных к основной молекуле, так и от концентрации раствора. Определение следует проводить с растворами точной концентрации.

7.1. Метод А (используют, если помутнение раствора происходит в интервале температур 10—90°С)

7.1.1. *Подготовка пробы*

Взвешивают с точностью 0,01 г лабораторный образец массой 0,5 г.

7.1.2. *Определение*

Навеску ПАВ помещают в коническую колбу В мерный цилиндр наливают 100 $см^3$ дистиллированной воды и перемешивают до растворения или диспергирования

15 $см^3$ полученного раствора переливают в пробирку. Термометр вводят в пробирку, помещают ее в стакан и нагревают на нагревательном приборе при перемешивании с помощью термометра до полного помутнения раствора. (Сначала в пробирке появляются мутные кольцеобразные зоны, которые затем соединяются. В то же время температура не должна превышать температуру, при которой наступает помутнение, более чем на 10°С.) Затем медленно охлаждают пробирку, не прекращая перемешивания. Регистрируют температуру, при которой мутные кольца исчезают.

Примечание Жидкость может стать прозрачной или опалесцирующей в зависимости от природы неионогенного препарата и чистоты исходных материалов, используемых для получения (раздел 2, примечание, чистота материалов).

Измерение температуры проводят несколько раз до получения двух результатов, различающихся не более чем на 0,5°С.

7.2 Метод В (используют, если температура помутнения ниже 10°С или продукт не растворяется в воде)

7.2.1. *Подготовка пробы*

Взвешивают с точностью 0,01 г лабораторный образец массой 5 г

7.2.2. *Определение*

Навеску ПАВ помещают в коническую колбу. Добавляют 45 г раствора *н*-бутилдигликоля. Перемешивают до растворения образ-

* Применяют до введения международного стандарта ИСО 607—80 в качестве государственного стандарта

ца. Далее определение проводят в соответствии с методом А (п. 7.1.2).

7.3. Метод С (используют, если температура помутнения водного раствора ПАВ превышает 90°С).

7.3.1. *Подготовка пробы*

Взвешивают с точностью 0,01 г лабораторный образец массой 5 г.

7.3.2. *Определение*

Навеску ПАВ помещают в коническую колбу. В мерный цилиндр наливают 100 см^3 дистиллированной воды и переливают в ту же колбу. Перемешивают содержимое до полного растворения.

Переливают небольшое количество раствора в ампулу, высота столба жидкости в ампуле должна быть приблизительно 40 мм. Ампулу запаивают в пламени горелки и обматывают толстой металлической сеткой. Ампулу помещают в стакан с теплопроводной жидкостью. Верхний конец ампулы должен слегка возвышаться над стаканом.

Для защиты от осколков при возможном разрыве ампулы (если она плохо запаяна) помещают между оператором и оборудованием прозрачный лист из специального или органического стекла (см. чертеж).

Термометр помещают в теплопроводную жидкость рядом с запаянной ампулой. Включают нагревательный прибор и электромагнитную мешалку. Прекращают нагревание, когда жидкость в ампуле помутнеет. Дают жидкости охладиться, не вынимая ее из бани и не выключая мешалки, и регистрируют температуру, при которой исчезает помутнение раствора, как указано для метода А (п. 7.1.2).

Измеряют температуру несколько раз до получения не менее двух результатов, отличающихся не более чем на 0,5°С.

Примечание При необходимости можно определять температуру помутнения в солевом растворе, что быстрее, чем в запаянной ампуле

Определение аналогично методу А (п. 7.1). ПАВ растворяют в 100 см^3 водного раствора хлорида натрия массовой концентрации 50 г/дм^3 (вместо 100 см^3 дистиллированной воды).

7.4. Метод D (используют, если температура помутнения находится в пределах 10—90°С)

7.4.1. *Подготовка пробы*

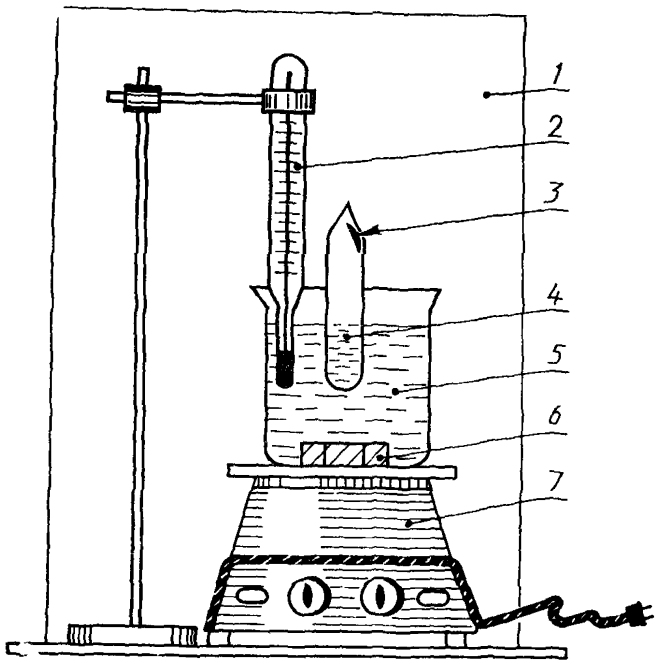
Взвешивают с точностью 0,01 г лабораторный образец массой 1 г.

7.4.2. *Определение*

Навеску ПАВ помещают в коническую колбу, добавляют 50 см^3 раствора соляной кислоты, отмеренного мерным цилиндром. Перемешивают до полного растворения или диспергирования. Затем добавляют еще раствор соляной кислоты до объема 100 см^3.

Помещают 15 см^3 раствора в пробирку, вносят в пробирку термометр, пробирку помещают в стакан и нагревают на нагревательном приборе, перемешивая раствор термометром до полного помутнения. (Помутнение появляется в виде колец, которые соединяются и коалесцируют. В то же время температура не должна превышать температуру, при которой происходит помутнение более чем на 10°С.) Затем следует медленное охлаждение при перемешивании. Регистрируют температуру, при которой мутные полосы исчезают.

Примечание. Жидкость может стать прозрачной или опалесцирующей в зависимости от природы неионогенного препарата и чистоты сырья, использованного при его изготовлении (разд. 2, примечание).



1—защитный экран; *2*—термометр; *3*—запаянная ампула; *4*—исследуемый раствор; *5*—теплопроводящая жидкость; *6*—мешалка; *7*—нагревательный прибор

Измеряют температуру помутнения несколько раз до получения не менее двух результатов, отличающихся не более чем на 0,5°С.

7.5. Метод Е (используют, если температура помутнения при определении по методу D превышает 90°С).

7.5.1. *Подготовка пробы*

Взвешивают с точностью 0,01 г лабораторный образец массой 1 г.

7.5.2. *Определение*

Навеску ПАВ помещают в коническую колбу, добавляют 100 $см^3$ кальций-бутандиольного раствора, приготовленного по п. 4.3 и отмеренного мерным цилиндром. Перемешивают до полного растворения или диспергирования. Далее определение проводят как в методе D (п. 7.4.2, начиная со второго абзаца).

8. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

В качестве температуры помутнения принимают среднее арифметическое не менее двух результатов, различающихся не более чем на 0,5°С.

Записывают с точностью до первого десятичного знака полученную среднюю температуру, при которой раствор неионогенного ПАВ снова становится прозрачным или в некоторых случаях опалесцирующим, указав среду, в которой проводится определение.

Примеры записи:

Температура помутнения раствора ПАВ массовой концентрации 5 г/$дм^3$ в дистиллированной воде . . . . . .

Температура помутнения раствора ПАВ массовой концентрации 100 г/$дм^3$ в присутствии *н*-бутилдигликоля . . . . . .

Температура помутнения раствора ПАВ массовой концентрации 5 г/$дм^3$ при определении в запаянной ампуле . . . . . .

Температура помутнения раствора ПАВ массовой концентрации 10 г/$дм^3$ в растворе соляной кислоты молярной концентрации 1 моль/$дм^3$. . . . . .

Температура помутнения раствора ПАВ массовой концентрации 10 г/$дм^3$ в воде с кальциевой жесткостью 40 мг/$дм^3$ Ca^{+2} ионов в присутствии бутан-1-ола . . . . . .

9. ТОЧНОСТЬ

9.1. Повторяемость

Разность результатов, полученных в двух одновременных определениях или следующих непосредственно одно за другим (в обоих случаях используют одну и ту же пробу), одним оператором, не должна превышать 0,5°С.

9.2. Воспроизводимость результатов

Разность результатов, полученных разными лабораториями при испытании одной и той же пробы, не должна превышать 1°С.

10. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЙ

Протокол испытаний должен содержать следующие сведения:

1) характеристики, необходимые для полной идентификации пробы;

2) ссылка на использованный НТД и метод, например: «ГОСТ Р . . . . . , метод А»;

3) среда, в которой проведены определения;

4) результаты и способ их выражения;

5) особенности, отмеченные в ходе определения;

6) дополнительные или не предусмотренные настоящим стандартом операции.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН** Техническим комитетом по стандартизации ТК 94 «Красители, текстильно-вспомогательные вещества и органические полупродукты»

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Госстандарта России от 14.10.92 № 1368

   Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 1065—91 «Вещества поверхностно-активные неионогенные, полученные из окиси этилена. Определение температуры помутнения» и полностью ему соответствует

3. **СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ** — 1998 г.
   Периодичность проверки — 5 лет

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 1770—74	5.3
ГОСТ 22571.1—77	6
ГОСТ 25336—82	5.1, 5.4, 5.5
ГОСТ 29263—91	4.3

Редактор *Р С Федорова*
Технический редактор *В Н Малькова*
Корректор *А В Прокофьева*

Сдано в наб 12 11 92 Подп к печ 05 01 93 Усл п л 0 75 Усл кр отт 0 75 Уч-изд л 0 60
Тираж 206 экз

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов 107076 Москва Колодезный пер 14
Тип «Московский печатник» Москва Лялин пер 6 Зак 1614

gost.e-ecolog.ru