ГОСТ 29232—91
(ИСО 4311—79)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

АНИОННЫЕ И НЕИОННОГЕННЫЕ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫЕ ВЕЩЕСТВА

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КРИТИЧЕСКОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ МИЦЕЛЛООБРАЗОВАНИЯ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОВЕРХНОСТНОГО НАТЯЖЕНИЯ С ПОМОЩЬЮ ПЛАСТИНЫ, СКОБЫ ИЛИ КОЛЬЦА

Издание официальное

БЗ 11—2003

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.185.001.4:006.354 Группа Л29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Анионные и неионногенные поверхностно-активные вещества

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КРИТИЧЕСКОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ МИЦЕЛЛООБРАЗОВАНИЯ

Метод определения поверхностного натяжения с помощью пластины, скобы или кольца

ГОСТ 29232—91

(ИСО 4311—79)

Anionic and non-ionic surface active agents.
Determination of the critical micellization concentration.
Method by measuring surface tension with a plate, sturrup or ring

МКС 71.100.40
ОКСТУ 2409

Дата введения 01.01.93

0. ВВЕДЕНИЕ

Кривые концентрационных зависимостей изменения физико-химических свойств водных растворов поверхностно-активных веществ (ПАВ) являются специфическими. В определенной области концентраций, обычно очень узкой, эти кривые имеют экстремумы, которые можно объяснить образованием в объеме раствора агрегатов молекул. Концентрацию, при которой появляются эти экстремумы, называют «критической концентрацией мицеллообразования» (ККМ).

При равной длине гидрофобной части молекулы ПАВ критическая концентрация мицеллообразования обычно является выше для ионных поверхностно-активных веществ, чем для неионногенных. На критическую концентрацию мицеллообразования, независимо от структуры поверхностно-активного вещества, влияют температура, а также природа и количество примесей как неорганических, так и органических. Поэтому заранее должны быть оговорены условия, которые могут влиять на конечный результат, в том числе должна быть известна чистота продукта и, насколько это возможно, состав и количество примесей, наличие которых может значительно изменить поверхностное натяжение (полезно знать, являются ли примеси органической или неорганической природы, и, если возможно, их концентрации).

Точные значения критической концентрации мицеллообразования не могут быть получены из непосредственных измерений, но предельные границы ККМ могут быть определены из кривых концентрационной зависимости поверхностного натяжения растворов ПАВ. Полученные таким образом значения ККМ вполне удовлетворяют практиков.

1. НАЗНАЧЕНИЕ

Настоящий стандарт устанавливает метод определения критической концентрации мицеллообразования растворов анионных и неионногенных поверхностно-активных веществ в дистиллированной воде или других водных системах путем измерения поверхностного натяжения с использованием в качестве рабочего элемента пластины, скобы или кольца.

2. ОБЛАСТИ ПРИМЕНЕНИЯ

Этот метод определения ККМ можно использовать как для чистых, так и для технических ПАВ (ионногенных и неионногенных) при любых температурах, отличных не менее чем на 5 °С от критических, — температуры помутнения для неионногенных ПАВ и температуры Крафта для ионногенных ПАВ.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1992
© ИПК Издательство стандартов, 2004

Следует иметь в виду, что для измерений при температуре выше, чем температура в лаборатории, необходимо термостатировать измерительную кювету и измерительную часть тензиометра, а также принять меры, предотвращающие испарение растворителя.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЯ

3.1. Мицелла — агрегат из молекул и (или) ионов, образующихся в растворах ПАВ при превышении определенной критической концентрации.

3.2. Критическая концентрация мицеллообразования (ККМ) — характерная для ПАВ в растворе концентрация (на практике узкий интервал концентраций), при превышении которой появляются и развиваются мицеллы, что приводит к резкому изменению зависимости ряда физико-химических свойств от концентрации.

3.3. Температура Крафта — температура (практически узкий температурный интервал), при которой растворимость ионногенных ПАВ резко увеличивается. При этой температуре растворимость достигает значения критической концентрации мицеллообразования.

3.4. Поверхностное натяжение — натяжение в поверхностном слое жидкости, выражаемое силой, отнесенной к единице длины. Поверхностное натяжение — проявление взаимного притяжения молекул. В действительности существует не эластичный «поверхностный слой», а заметное притяжение между молекулами поверхности и молекулами, находящимися под этой поверхностью, направленное к внутреннему объему жидкости. Поверхностное натяжение выражают в ньютонах на метр (Н/м). На практике используют миллиньютон (мН/м) (1 мН/м = 1 дин/см).

4. ПРИНЦИП МЕТОДА

Метод основан на измерении поверхностного натяжения серии растворов ПАВ концентрациями ниже и выше критической концентрации мицеллообразования и последующем построении графика зависимости поверхностного натяжения от логарифма концентрации ПАВ. ККМ соответствует область пересечения двух кривых.

5. РАСТВОРИТЕЛЬ

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6. АППАРАТУРА

Стакан Н-2 (1) — 100 ТХС по ГОСТ 25336.

Стекла часовые.

Тензиометр, оснащенный пластиной, скобой или кольцом.

Баня водяная, позволяющая контролировать температуру раствора от 20 до 80 °С с погрешностью ± 1 °С.

Примечание. Перед проведением испытаний вся химическая посуда должна находиться в течение приблизительно 12 ч в хромовой смеси, приготовленной из серной кислоты (ρ_{20} 1,84 г/см^3) и равного объема насыщенного раствора бихромата калия, затем посуда промывается дистиллированной водой (поверхностное натяжение конечной промывной воды должно быть равным поверхностному натяжению исходной воды; поверхностное натяжение измеряют с помощью тензиометра).

7. ОБРАЗЦЫ

Лабораторный образец анионного или неионногенного ПАВ готовят и хранят в соответствии с требованиями ГОСТ 6732.1 — ГОСТ 6732.5 и ГОСТ 2517.

8. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

8.1. В предварительно взвешенных стаканах готовят 10 растворов различных концентраций ПАВ таким образом, чтобы в числе этих растворов оказался раствор ожидаемой критической концентрации. Эти растворы, каждый из которых имеет массу точно 50 г, получают либо разбавлением исходного раствора ПАВ массовой концентрации 200 мг/дм^3 до нужной концентрации, либо

растворением дополнительной части лабораторного образца ПАВ, которую взвешивают с погрешностью ± 0,1 мг.

8.2. Измерения

8.2.1. Приблизительное определение области ККМ

Температуру водяной бани доводят до температуры измерений. Если точка Крафта достаточно низка (ниже или равна 15 °С), измерения проводят при (20 ± 1) °С, в противном случае для анионных ПАВ температура измерений должна быть по крайней мере на 5 °С выше точки Крафта. Для неионногенных ПАВ измерения проводят при (20 ± 1) °С.

Примечание. Испытания можно проводить и при других температурах, но с обязательным указанием этой температуры в протоколе.

Каждый стакан, содержащий испытуемый раствор, приготовленный по п. 9.1, накрывают часовым стеклом и помещают в водяную баню с контролируемой температурой. Поверхностное натяжение каждого раствора измеряют в соответствии с инструкцией к тензиометру. Используя полученные результаты, строят график, как описано в п. 9.3, зависимости поверхностного натяжения от концентрации, который выключает область, содержащую ККМ.

8.2.2. Определение ККМ

На основании полученных результатов готовят шесть новых растворов ПАВ концентрациями, близкими к ККМ (взвешиванием или разбавлением исходного раствора).

Каждый стакан накрывают часовым стеклом и помещают в водяную баню с контролируемой температурой. Перемешивание растворов проводят без использования мешалки, вращательными движениями стакана с помощью руки. (Необходимо избегать образования пены при испытании веществ с увеличенным пенообразованием). Замечают время, вводят измерительную ячейку тензиометра в раствор и не проводят измерений в соответствии с инструкцией к тензиометру до тех пор, пока не пройдет 3 ч после растворения или после разбавления (в зависимости от способа приготовления раствора), и до тех пор, пока не будет достигнута желаемая температура. Если необходимо, это время может быть увеличено до тех пор, пока значения поверхностного натяжения не станут стабильными. В случае концентрации более высокой, чем ККМ, время достижения равновесия может уменьшиться до 15 мин.

Проводят три измерения с интервалами 15 мин для каждой концентрации без прополаскивания пластинки, скобы или кольца между измерениями. Интервал между измерениями является адекватным, если три измерения не показывают систематического изменения, снижения или повышения поверхностного натяжения. Каждый раз при изменении концентрации промыть пластину, скобу или кольцо в этаноле и затем в дистиллированной воде. Над пламенем не сушить.

8.3. Графическое изображение кривой

Строят график, откладывая значения поверхностного натяжения на оси ординат, а логарифмы концентрации (г/дм^3) — на оси абсцисс. Необходимо использовать средние значения, определенные для каждой концентрации.

Общее число точек на кривой — 16: шесть точек, определенных в соответствии с п. 8.2.2, и десять — п. 8.1. ККМ определяют из этой кривой. Желательно подтвердить результат проведением измерений для раствора концентрации, предварительно определенной как ККМ.

Для графического определения используется масштаб, наиболее подходящий для измеренных значений поверхностного натяжения (например 1 см = 2,5 мН/м).

9. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

9.1. График поверхностного натяжения

ККМ анионных и неионногенных ПАВ, выраженную в граммах на кубический дециметр*, определяют из графика зависимости поверхностного натяжения от логарифма концентрации. На чертеже изображены наиболее типичные виды кривых:

а — ККМ соответствует точке на кривой, в которой происходит резкое изменение наклона кривой;

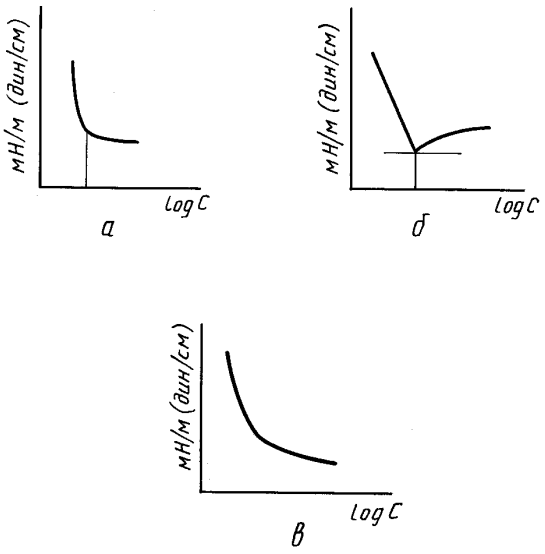
б — интервал ККМ соответствует минимуму на кривой;

в — значение интервала ККМ определить экспериментально невозможно. Рекомендуется по-

---

* В случае химически чистых веществ ККМ может быть выражена в молях на кубический дециметр.

Примеры графиков поверхностного натяжения



вторить измерения, так как возможная ошибка при проведении испытания или другая причина делают результаты неприменимыми.

Если, несмотря на повторение измерений, кривая получается без минимума, интервал ККМ определить невозможно.

9.2. Воспроизводимость

Различие в результатах, полученных на одном образце в двух различных лабораториях, не должно превышать 10 %.

10. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен включать:

а) характеристики продуктов, дающие наиболее полное описание внешнего вида, чистоты, содержание активного вещества, молекулярную массу;

б) температуру растворения или разбавления и температуру измерения поверхностного натяжения;

в) используемый метод приготовления растворов: разбавление или прямое взвешивание;

г) время между приготовлением раствора и проведением измерений;

д) значения используемых концентраций;

е) способ получения и качество дистиллированной воды;

ж) значение поверхностного натяжения для каждой концентрации;

з) вычисление значений поверхностного натяжения с помощью соответствующей формулы;

и) кривую зависимости поверхностного натяжения от логарифма концентрации;

к) полученные результаты, т. е. цифровое значение ККМ или интервал ККМ;

л) используемую аппаратуру;

м) любую операцию, не включенную в данный стандарт или стандарты, на которые сделаны ссылки, а также любые случайности, которые могут влиять на результаты.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН ТК 193 «Кислоты жирные синтетические, высшие жирные спирты, поверхностно-активные вещества»**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 28.12.91 № 2244**

   Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 4311—79 «Анионные и неионногенные поверхностно-активные вещества. Определение критической концентрации мицеллообразования. Метод определения поверхностного натяжения с помощью пластинки, скобы или кольца» и полностью ему соответствует

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 2517—85	7
ГОСТ 6709—72	5
ГОСТ 6732.1-89 — ГОСТ 6732.5-89	7
ГОСТ 25336—82	6

5. **ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2004 г.**

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 05.07.2004. Подписано в печать 19.08.2004. Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,55.
Тираж 66 экз. С 3417. Зак. 307.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов

gost.e-ecolog.ru