МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СРЕДСТВА МОЮЩИЕ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ АКТИВНОГО КИСЛОРОДА

Издание официальное

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск**

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 113 "Синтетические моющие средства" (ВНИИХИМПРОЕКТом)

ВНЕСЕН Госстандартом Украины

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 4—93 от 21.10.93)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Белстандарт
Республика Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Разделы 1—10 настоящего стандарта представляют собой полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 4321—77 "Порошки стиральные. Определение содержания активного кислорода титриметрическим методом"

4 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 10 октября 1995 г. № 531 межгосударственный стандарт ГОСТ 22567.10—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1996 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 22567.10—79

© ИПК Издательство стандартов, 1996

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

Содержание

1 Назначение 1
2 Область применения 1
3 Нормативные ссылки 1
4 Сущность метода 2
5 Реактивы 3
6 Оборудование 3
7 Отбор проб 3
8 Проведение анализа 3
9 Обработка результатов 4
10 Протокол анализа 5
Приложение А Йодометрический метод определения содержания активного кислорода в порошкообразных синтетических моющих средствах, в состав которых входят перекисные соединения 6

ВВЕДЕНИЕ

Ввиду особенностей стиральных порошков и относительной устойчивости солей перкислот растворение порошков может быть связано с потерей кислорода. Этот фактор был устранен путем введения особого метода растворения порошков, используемого при определении содержания активного кислорода.

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СРЕДСТВА МОЮЩИЕ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

Методы определения массовой доли активного кислорода

Synthetic detergents.
Methods for determination of active oxygen mass fraction

Дата введения 1996—01—01

1 НАЗНАЧЕНИЕ

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения содержания активного кислорода в стиральных порошках.

2 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий метод может быть использован для определения содержания солей перкислот, например, пербората натрия. Метод не следует использовать для стиральных порошков, содержащих, кроме солей перкислот, вещества, которые могут вступать в реакцию с кислотными перманганатами в условиях проведения анализа.

Метод может применяться в присутствии этилендинитрилтетрауксусной кислоты (ЕДТА) или других веществ, вызывающих образование хелатных соединений, при условии, что их содержание не превышает 1 %.

3 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

Издание официальное

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

ГОСТ 3765—78 Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4232—74 Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 10163—76 Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 22567.1—77 Средства моющие синтетические. Метод определения пенообразующей способности

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 25794.2—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

ГОСТ 27068—86 Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

ГОСТ 30024—93 (ИСО 607—80). Вещества поверхностно-активные и средства моющие синтетические. Методы деления пробы

4 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Совместное восстановление соли перкислоты и марганцовокислого калия в кислотном растворе с освобождением кислорода.

Примечания

1 Относительно долгий индукционный период некоторых стиральных порошков можно сократить путем добавления сернокислого марганца.

2 Азотнокислый висмут образует соединения с этилендинитрилтетрауксусной кислотой или другими веществами, вызывающими образование хелатных соединений, устраняя таким образом возможность интерференции.

3 При добавлении сернокислого алюминия можно получить избирательную реакцию с конденсированными фосфатами и, таким образом, предотвратить образование соединения с нормами марганца, которое может привести к тому, что конечная точка титрования будет нечеткой.

5 РЕАКТИВЫ

При проведении анализа используют только реактивы чистые для анализа и дистиллированную воду аналогичной чистоты.

5.1 Сернокислый алюминий октадекагидрат $AL_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$

5.2 Раствор серной кислоты, содержащий висмут и марганец

Растворяют 2 г азотнокислого висмута пентагидрата ($Bi(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$) и 4 г сернокислого марганца моногидрата ($MnSO_4 \cdot H_2O$), или эквивалентное число тетра- или пентагидрата ($MnSO_4 \cdot 4H_2O$), или ($MnSO_4 \cdot 5H_2O$) в 1000 см^3 5 н. раствора серной кислоты.

5.3 Раствор серной кислоты, содержащий алюминий, висмут и марганец, при необходимости, растворяют 50 г сернокислого алюминия, 5 г азотнокислого висмута пентагидрата и 5 г сернокислого марганца в 1000 см^3 5 н. раствора серной кислоты.

5.4 Марганцовокислый калий $KMnO_4$, свежеприготовленный титрованный 0,1 н. раствор.

6 ОБОРУДОВАНИЕ

Кроме обычного лабораторного оборудования, используют указанное в 6.1—6.3.

6.1 Мерная колба вместимостью 1000 см^3, отвечающая требованиям ГОСТ 1770.

6.2 Коническая колба вместимостью 500 см^3, отвечающая гребованиям ГОСТ 25336.

6.3 Механическая мешалка.

7 ОТБОР ПРОБ

Лабораторную пробу стирального порошка приготовляют и хранят в соответствии с требованиями ГОСТ 30024.

8 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

8.1 Проба для анализа

Взвешивают 10 г лабораторной пробы с погрешностью до 0,01 г.

8.2 Определение

Примечания

1 Анализ начинают проводить сразу же после растворения пробы.

2 При растворении пробы приведенным ниже методом обычные правила использования стеклянной мерной посуды не соблюдаются. Был принят компромиссный вариант, который позволяет растворять пробу с учетом характера анализа.

Помещают пробу (8.1) в химический стакан вместимостью 2000 см^3. Заполняют мерную колбу (6.1) до метки водой температурой 36—40 °С и приливают воду к пробе, давая ей возможность стекать со стенок колбы в течение нескольких секунд. Энергично перемешивают с помощью мешалки (6.3) в течение 3 мин до растворения пробы, за исключением небольшого количества нерастворимых силикатов и т.п. (раствор L_1).

Во время растворения наливают в коническую колбу (6.2) 50 см^3 раствора серной кислоты (5.2) и добавляют по капле, постоянно перемешивая, раствор марганцовокислого калия до появления устойчивой бледнорозовой окраски.

С помощью пипетки набирают 100 см^3 раствора l_1 и переносят в коническую колбу. Титруют раствором марганцовокислого калия (5.4) до появления бледно-розовой окраски, устойчивой в течение не менее 15 с. Если конечная точка выражена нечетко, повторяют определение в присутствии 1 г сернокислого алюминия или используя 20 см^3 раствора серной кислоты (5.3).

9 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

9.1 Метод обработки результатов

Содержание активного кислорода в стиральном порошке, % от массы, определяют по формуле

$$\frac{V \cdot T \cdot 8{,}0}{m}, \qquad (1)$$

где V — объем титрованного раствора марганцовокислого калия (5.4), используемого при определении, см^3;

T — точная нормальность титрованного раствора марганцовокислого калия, используемого при определении;

m — масса пробы для анализа (8.1), г.

9.2 Повторяемость

Максимальная разность результатов двух определений, проведенных последовательно на данном продукте одним и тем же лицом и с использованием одного и того же оборудования, не должна превышать 1,3 % среднего значения, найденного для содержания активного кислорода около 2 %.

9.3 Воспроизводимость

Максимальная разность результатов, полученных на одной пробе в двух различных лабораториях, не должна превышать 5 % среднего значения, найденного для содержания активного кислорода около 2 %.

10 ПРОТОКОЛ АНАЛИЗА

В протокол анализа включают:

а) все сведения, необходимые для полной идентификации пробы;

б) ссылку на использованный метод (ссылку на настоящий стандарт);

в) результаты и метод обработки результатов;

г) условия проведения анализа;

д) любые действия, не предусмотренные настоящим стандартом или рассматриваемые как дополнительные, а также факторы, которые могли повлиять на результаты анализа.

Допускается определять содержание активного кислорода йодометрическим методом, который изложен в приложении А.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Йодометрический метод определения содержания активного кислорода в порошкообразных синтетических моющих средствах, в состав которых входят перекисные соединения

Сущность метода заключается в окислении ионов йода с последующим титрованием выделившегося йода серноватистокислым натрием.

А.1 МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 30024 (ИСО 607) или в соответствии с разд. 1 ГОСТ 22567.1.

А.2 АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Весы лабораторные 2-го класса точности — по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г и допускаемой погрешностью взвешивания не более 0,75 мг.

Колбы Кн—2—250—34 ТХС, Кн—1—250—29/32 ТХС — по ГОСТ 25336.

Бюретка вместимостью 25 $см^3$ с ценой деления 0,05 $см^3$.

Цилиндры 1—50 — по ГОСТ 1770.

Стекла часовые.

Калий йодистый — по ГОСТ 4232, х.ч., водный раствор с массовой долей 10 %, свежеприготовленный.

Аммоний молибденовокислый — по ГОСТ 3765, ч.д.а.

Кислота серная — по ГОСТ 4204, х.ч. с массовой долей 25 %.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный — по ГОСТ 27068, раствор концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.2.

Крахмал растворимый — по ГОСТ 10163, ч., раствор с массовой долей 0,5 %, свежеприготовленный или крахмал, приготовленный по 3.2.

Вода дистиллированная — по ГОСТ 6709.

Плитка электрическая закрытого типа — по ГОСТ 14919.

Секундомер механический.

Стаканы Н—1—150 ТХС, Н—2—1000 ТХС — по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 10 и 100 $см^3$.

Колбы мерные 1—500—2 или 2—500—2 — по ГОСТ 1770.

Воронка В—56—80 ХС — по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные.

Ступка 4 — по ГОСТ 9147.

Сетка асбестовая или асбест.

Натрий хлористый — по ГОСТ 4233, ч.д.а., насыщенный раствор при температуре (20±5) °С.

Кислота уксусная — по ГОСТ 61, х.ч., раствор с массовой долей 80 %.

Примечание — Допускается использовать оборудование, посуду и материалы другого типа с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками.

А.3 ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

А.3.1 Около 20 г порошка тщательно растирают в ступке. В химический стакан вместимостью 150 см^3 помещают навеску растертого порошка массой (5,00±0,05) г. Результаты взвешивания записывают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака. В стакан с навеской приливают около 100 см^3 воды температурой 35—40 °С, тщательно перемешивая содержимое стакана стеклянной палочкой до растворения пробы. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доводят объем до метки водой.

А.3.2 Приготовление крахмала

К 500 см^3 насыщенного раствора хлористого натрия добавляют 100 см^3 раствора уксусной кислоты и (3,00±0,10) г крахмала.

Полученный раствор кипятят в течение 3—5 мин до получения почти прозрачного раствора, охлаждают до температуры (20±5) °С и добавляют 25 см^3 воды.

Раствор годен к употреблению в течение 2 мес.

А.4 ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

А.4.1 В коническую колбу вместимостью 250 см^3 приливают пипеткой 100 см^3 раствора, полученного по 3.1, добавляют 50 см^3 воды, 25 см^3 раствора серной кислоты, 10 см^3 раствора йодистого калия и небольшое количество (на кончике шпателя) молибденовокислого аммония. Колбу закрывают пробкой или часовым стеклом, чтобы предупредить потери вследствие улетучивания йода, тщательно перемешивают и оставляют смесь на 3 мин в темном месте.

Затем снимают часовое стекло или пробку и ополаскивают водой над колбой. Выделившийся йод оттитровывают раствором серноватистокислого натрия.

Сначала титруют без индикатора. После того, как бурый цвет смеси посветлеет и станет соломенно-желтым, к раствору приливают 2—3 см^3 раствора крахмала и продолжают титрование до тех пор, пока цвет раствора не изменится от черно-синего до желтовато-белого.

А.5 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

А.5.1 Массовую долю активного кислорода X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}0008 \cdot 500 \cdot 100}{(m_1 - m_2) \cdot 100}, \qquad (А.1)$$

где V — объем раствора серноватистокислого натрия концентрации 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), израсходованного на титрование испытуемой пробы, см^3;

0,0008 — масса активного кислорода, соответствующая 1 $см^3$ раствора сернова-тистокислого натрия концентрации 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.), г;

500 — объем колбы, $см^3$;

m_1 — масса стакана с навеской, г;

m_2 — масса пустого стакана, г;

100 — объем испытуемого раствора, взятого для титрования; $см^3$.

А 5.2 За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,10 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата испытания ±0,11 % при доверительной вероятности 0,95 (P = 0,95).

УДК 648.58:661.185:543.06:006.354 ОКС 71.040.40 У29 ОКСТУ 2309

Ключевые слова: средства моющие синтетические, методы

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *О.Н. Никитина*
Корректор *А.В. Прокофьева*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 28.11.95. Подписано в печать 16.01.96. Усл. печ. л. 0,70.
Усл. кр.-отт. 0,70. Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 200 экз. С 3115 Зак. 16.

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер., 14.
ЛР № 021007 от 10.08.95.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru