

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ТОВАРЫ БЫТОВОЙ ХИМИИ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ
СЕРОСОДЕРЖАЩИХ ВОССТАНОВИТЕЛЕЙ

Издание официальное

Б3 12—93/765

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

Предисловие

- 1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Объединенным национальным рабочим органом по стандартизации МТК 112, 113/643 «Бытовая химия»**
- 2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 8 июня 1994 г. № 165**
- 3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

© Издательство стандартов, 1994

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 Аппаратура и реактивы	2
4 Подготовка к анализу	3
5 Проведение анализа	3
6 Обработка результатов	4

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Товары бытовой химии

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ
СЕРОСОДЕРЖАЩИХ ВОССТАНОВИТЕЛЕЙ

Household chemical products. Method for determination of
sulphur-bearing reductants mass fraction

Дата введения 1995—07—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на товары бытовой химии (моющие, чистящие, отбеливающие, пятновыводящие и другие средства) и устанавливает метод определения массовой доли серосодержащих восстановителей:

- гидросульфита (дитионита) натрия;
- ронгалита (формальдегидсульфоксилата натрия);
- тиосульфата натрия (натрия серноватистокислого);
- пиросульфита натрия (метабисульфита натрия);
- сульфита натрия (натрия сернокислого).

Сущность метода заключается в прямом или обратном йодометрическом титровании серосодержащего восстановителя в кислой или нейтральной среде.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия
- ГОСТ 1625—89 Формалин технический. Технические условия
- ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия
- ГОСТ 4159—79 Иод. Технические условия
- ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

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 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 29169—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29251—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюretki. Общие требования

3 АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Весы лабораторные общего назначения типа ВЛР-200 г или др. 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Стаканчик СВ-24/10 по ГОСТ 25336.

Бюretka 1—1—2—25—0,1 по ГОСТ 29251.

Цилиндр 3—50—2, 3—25—2, 1—10—2 по ГОСТ 1770.

Колба 1—250—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка вместимостью 25 см³ 2-го класса точности по ГОСТ 29169.

Часы.

Колба Кп-1—250 ТХС по ГОСТ 25336.

Воронка В-75—110 ХС по ГОСТ 25336.

Ступка с пестиком по ГОСТ 9147.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, раствор молярной концентрации c ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{ H}_2\text{O}$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), приготовленный по ГОСТ 25794.2.

Йод по ГОСТ 4159, раствор молярной концентрации c ($\frac{1}{2} \text{ J}_2$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), приготовленный по ГОСТ 25794.2.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор молярной концентрации c ($\frac{1}{2} \text{ H}_2\text{SO}_4$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.).

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор с массовой долей 10 %.

Формалин технический по ГОСТ 1625.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, водный раствор с массовой долей 0,5 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

П р и м е ч а н и е — Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных

4 ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

4.1. Отбор пробы

Отбор пробы — по нормативной документации на анализируемое средство.

Представительную пробу тщательно перемешивают.

Для порошкообразных средств часть представительной пробы растирают в ступке до исчезновения комочеков.

Навеску средства, необходимую для проведения анализа, определяют по нормативной документации на анализируемое средство.

Для проведения анализа используют водный раствор или водную вытяжку средства.

4.2 Подготовка пробы к анализу

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

Навеску количественно переносят в мерную колбу.

При определении массовой доли гидросульфита натрия или формальдегидсульфоксилата натрия в мерную колбу добавляют 20 см³ формалина. Содержимое колбы перемешивают, доводят объем раствора водой до метки и вновь перемешивают.

5 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5.1 Определение массовой доли гидросульфида натрия или пиросульфита натрия

25 см³ раствора средства, подготовленного по 4.2, переносят пипеткой в коническую колбу, в которую предварительно налито 25 см³ раствора йода, и приливают:

— 2 см³ раствора уксусной кислоты (при определении гидросульфита натрия);

— 10 см³ раствора серной кислоты (при определении пиросульфита натрия или сульфита натрия).

Содержимое колбы перемешивают и титруют избыток йода раствором серноватистокислого натрия до появления светло-желтой окраски, затем добавляют 1—2 см³ раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски.

Одновременно в тех же условиях титруют 25 см³ раствора йода.

5.2 Определение массовой доли формальдегидсульфоксилата натрия или тиосульфата натрия

25 см³ раствора средства, подготовленного по 4.2, переносят пипеткой в коническую колбу, добавляют 50 см³ дистиллированной воды, 5 см³ раствора уксусной кислоты (при определении формальдегидсульфоксилата натрия), 1—2 см³ раствора крахмала и титруют раствором йода до появления синего окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

6 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1 Массовую долю X_1 гидросульфита натрия или пиросульфида натрия, или сульфита натрия в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_1 - V) \cdot T \cdot V_2}{V_3 \cdot m} \cdot 100, \quad (1)$$

где V_1 — объем раствора серноватистокислого натрия концентрации точно c ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{ H}_2\text{O}$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на контрольное титрование, см³;

V — объем раствора серноватистокислого натрия концентрации точно c ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{ H}_2\text{O}$) = 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование испытуемой пробы, см³;

T — масса гидросульфита натрия (0,004353) или пиросульфида натрия (0,00475), или сульфита натрия (0,006303), соответствующая 1 см³ раствора серноватистокислого натрия концентрации точно c ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{ H}_2\text{O}$) = 0,1 моль/дм³, г;

V_2 — объем используемой мерной колбы, см³;

V_3 — объем раствора средства, взятый для титрования, см³;

m — масса средства, г.

6.2 Массовую долю X_2 формальдегидсульфоксилата натрия или тиосульфата натрия в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V \cdot T \cdot V_2}{V_3 \cdot m} \cdot 100, \quad (2)$$

где V — объем раствора йода концентрации точно c ($\frac{1}{2} \text{ J}_2$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование, см³;

T — масса формальдегидсульфоксилата натрия (0,00295) или тиосульфата натрия (0,0248), соответствующая 1 см³ ра-

створа йода концентрации точно $c (1/2 J_2) = 0,1$ моль/дм³, г;

V_2 — объем мерной колбы, см³;

V_3 — объем раствора средства, взятый для титрования, см³;

m — масса средства, г.

Результаты определения округляют до первого десятичного знака.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, указанное в таблице 1.

Характеристики погрешности анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ указаны в таблице 1.

Таблица 1

Серосодержащий восстановитель	Массовая доля, %	Допускаемая абсолютная суммарная погрешность, %	Допускаемое абсолютное расхождение между результатами двух параллельных определений, %
Гидросульфит натрия	От 1,0 до 3,0 включ. Св. 3,0 » 15,0 » » 15,0 » 40,0 » » 40,0 » 55,0 »	±0,1 ±0,2 ±0,3 ±0,5	0,2 0,3 0,5 1,0
Формальдегидсульфоксилат натрия	Порошкообразные средства от 10,0 до 40,0 включ. Жидкие средства от 10,0 до 20,0 включ.	±0,3 ±0,2	0,5 0,3
Сульфит и пиросульфит натрия	От 20,0 до 70,0 включ.	±0,4	0,8
Тиосульфат натрия	От 20,0 до 70,0 включ.	±0,6	1,0

УДК 661.185.6.001.4:006.354

У29

ОКСТУ 2380

Ключевые слова: товары бытовой химии, метод определения, серосодержащий восстановитель

Редактор *Л. М. Нахимова*
Технический редактор *Л. А. Кузнецова*
Корректор *А. С. Черноусова*

Сдано в наб. 12.07.94. Подп. в печ. 10.10.94. Усл. печ. л. 0,58. Усл. кр.-отт. 0,58.
Уч.-изд. л. 0,47. Тираж 352 экз. С 1703

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1353