

ТОВАРЫ БЫТОВОЙ ХИМИИ

**МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ
НЕИОНОГЕННОГО
ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНОГО
ВЕЩЕСТВА**

Издание официальное

БЗ 9—96/368

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

Предисловие

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

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстан-
дарта России от 29 января 1997 г. № 23

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1997

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

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Аппаратура, реактивы и растворы	2
4 Общие указания	3
5 Подготовка к анализу	3
6 Проведение анализа	6
7 Обработка результатов	6
Приложение А Библиография	8

Товары бытовой химии

**МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НЕИОНОГЕННОГО
ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНОГО ВЕЩЕСТВА**

Goods of household chemistry. Method for determination
of non-ionic surface-active agent

Дата введения 1998—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на товары бытовой химии (чистящие, отбеливающие, аппретирующие, подсинивающие, пятновыводящие и дезодорирующие средства) и устанавливает метод определения массовой доли неионогенного поверхностно-активного вещества (НПАВ) и массовой доли неионогенного поверхностно-активного вещества в пересчете на оксиэтиленовые группы (ОЭГ) от 1,5 до 45,0 % включительно.

Сущность метода заключается в осаждении НПАВ в водно-спиртовой соляно-кислой среде избытком фосфорномолибденовой кислоты (ФМК) и последующем титровании ее избытка раствором диантипирилметана (ДАМ) потенциометрически с катодно-поляризованным платиновым электродом.

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 4108—72 Реактивы. Барий хлорид 2-водный. Технические условия

- ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
- ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. 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 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования
- ГОСТ 27025—86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний
- ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний
- ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
- ГОСТ 29251—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

3 АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Иономер, обеспечивающий измерение потенциала измерительного электрода в интервале от плюс 500 до минус 500 мВ с погрешностью не более ± 5 мВ на узких поддиапазонах измерений.

Электрод вспомогательный лабораторный ЭВЛ-1МЗ или аналогичный.

Электрод платиновый высокотемпературный ЭПВ-1 или аналогичный.

Источник постоянного тока с напряжением на выходе 8—12 В, пульсация не более 50 мВ.

Резистор или набор резисторов (20 ± 2) МОм.

Мешалка магнитная.

Шкаф электрический сушильный, обеспечивающий поддержание температуры 185—190 °С.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 до 250 °С и ценой деления шкалы 2 °С по ГОСТ 28498.

Часы.

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

Бюретка 1-2-2-5-0,02 по ГОСТ 29251.

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

Цилиндр 3-25-2 по ГОСТ 1770.

Стакан В-1-50 ТС по ГОСТ 25336.

Стаканчик СВ-24/10 по ГОСТ 25336.

Колбы 1-100-2, 1-500-2 по ГОСТ 1770.

Эксикатор 2-190 по ГОСТ 25336.

Вставка для эксикатора 1-175 по ГОСТ 9147.

Стекло часовое.

Кальций хлорид обезвоженный по нормативному документу [1] (приложение А), прокаленный при температуре 250—300 °С.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 0,5$ моль/дм³ (0,5 н.), приготовленный по ГОСТ 25794.1.

Бария хлорид по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей 10 %.

Кислота фосфорномолибденовая по нормативному документу [2], раствор молярной концентрации $c(\text{H}_7[\text{P}(\text{Mo}_2\text{O}_7)_6] \cdot \text{XH}_2\text{O}) = 0,01$ моль/дм³ (0,01 М).

Диантипирилметан по нормативному документу [3], раствор молярной концентрации $c(\text{C}_{23}\text{H}_{24}\text{O}_2\text{N}_4) = 0,03$ моль/дм³ (0,03 М) в растворе соляной кислоты молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 0,5$ моль/дм³.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Вещество поверхностно-активное неионогенное (НПАВ), которое используют для изготовления анализируемого средства.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

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

4 ОБЩИЕ УКАЗАНИЯ

Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

5 ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

5.1 Отбор пробы — по нормативному документу на анализируемое средство.

Представительную пробу тщательно перемешивают.

5.2 Приготовление раствора фосфорномолибденовой кислоты (ФМК)

Перед приготовлением раствора определяют число молекул кристаллизационной воды в ФМК.

Стаканчик высушивают до постоянной массы при температуре 185—190 °С.

1,0000—1,5000 г ФМК взвешивают в высушенном стаканчике.

Стаканчик с навеской ФМК помещают в сушильный шкаф и высушивают навеску при температуре 185—190 °С до постоянной массы. Первое взвешивание проводят через 1 ч, последующие — через 30 мин высушивания.

Число молекул кристаллизационной воды X вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m - m_1) \cdot 1861,38}{m_1 \cdot 18,016}, \quad (1)$$

где m — масса ФМК до высушивания, г;

m_1 — масса ФМК после высушивания, г;

1861,38 — молярная масса ФМК, г/моль;

18,016 — молярная масса воды, г/моль.

Молярную массу фосфорномолибденовой кислоты M , г/моль, рассчитывают по формуле

$$M = 1861,38 + X \cdot 18,016. \quad (2)$$

Готовят раствор ФМК молярной концентрации c ($\text{H}_7[\text{P}(\text{Mo}_2\text{O}_7)_6] \times \text{XH}_2\text{O}$) = 0,01 моль/дм³.

5.3 Приготовление раствора диантипирилметана

5,8270 г ДАМ растворяют в мерной колбе вместимостью 500 см³ в 200—250 см³ раствора соляной кислоты.

Объем раствора доводят раствором соляной кислоты до метки и перемешивают.

5.4 Приготовление раствора сравнения неионогенного поверхностно-активного вещества

Раствор сравнения готовят из образца НПАВ, которое было использовано для приготовления анализируемого средства.

1,0000 г НПАВ взвешивают.

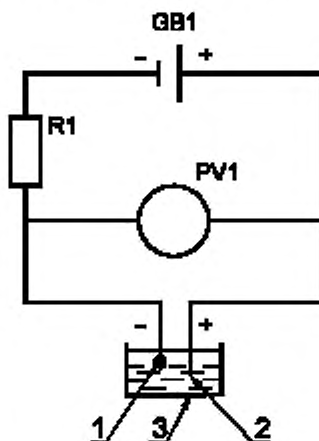
Навеску количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем водой до метки и тщательно перемешивают.

Раствор сравнения пригоден в течение 2 сут.

5.5 Подготовка установки

Установку для титрования собирают по схеме в соответствии с рисунком 1.

Поляризацию осуществляют от источника постоянного тока через резистор или набор резисторов, присоединяя к платиновому электроду отрицательный полюс источника питания. Ионномер включают в режиме милливольтметра. Электроды погружают в раствор соляной кислоты.



1 — электрод платиновый высокотемпературный ЭПВ-1; 2 — электрод вспомогательный лабораторный ЭВЛ-1М3; 3 — ячейка для титрования;
GB 1 — источник постоянного тока; R 1 — резистор или набор резисторов;
PV 1 — ионномер

Рисунок 1 — Электрическая схема потенциометрического титрования

При установлении потенциала на узком поддиапазоне ионмера от плюс 50 до минус 250 мВ установка к работе готова.

Для подачи титранта в анализируемую пробу на кончик бюретки надевают тонкий (ниппельный) резиновый шланг, к которому присоединяют загнутый вверх стеклянный капилляр внутренним диаметром не более 0,5 мм. При титровании капилляр погружают в титруемый раствор.

5.6 Проведение контрольного титрования

В стакан вместимостью 50 см³ вносят 5 см³ раствора соляной кислоты, 5 см³ воды, 18 см³ этилового спирта и пипеткой вместимос-

тью 1 см³ 1,0 см³ раствора ФМК. стакан устанавливают на магнитную мешалку, помещают в него магнитную вертушку, опускают электроды и титруют при интенсивном перемешивании раствором ДАМ. Объем первой порции титранта должен быть на 0,5 см³ меньше эквивалентного (устанавливается по результатам ориентировочного титрования). Затем титрант добавляют порциями по 0,1 см³, а вблизи точки эквивалентности — по 0,02 см³.

После добавления каждой порции титранта ожидают стабилизации потенциала не более 2 мин.

За эквивалентный принимают такой объем раствора ДАМ, при добавлении к которому следующей порции титранта происходит наибольшее изменение потенциала.

Контрольное титрование повторяют 3—4 раза. Затем вычисляют как среднее арифметическое объем раствора ДАМ (V) в см³, израсходованный на титрование 1 см³ раствора ФМК.

5.7 Подготовка пробы средства к анализу

Для порошкообразных средств часть представительной пробы растирают в ступке до исчезновения гранул и комочков.

Навеску средства, содержащую 20—30 мг НПАВ, взвешивают в стакане, прикрытом часовым стеклом. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

6 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

В стакан с пробой средства, подготовленной по 5.7 настоящего стандарта, добавляют 5 см³ раствора соляной кислоты, 3 см³ раствора хлорида бария, 21 см³ этилового спирта и пипеткой 4,0 см³ раствора ФМК. Опускают в стакан электроды и титруют раствором ДАМ, как указано в 5.6 для контрольного титрования.

В тех же условиях проводят титрование 2,0 см³ раствора сравнения соответствующего НПАВ (при определении массовой доли НПАВ в пересчете на оксиэтиленовые группы титрование не проводят).

7 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю неионогенного поверхностно-активного вещества (НПАВ) X_1 , %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(4 - \frac{V_1}{V}) \cdot 0,02 \cdot 100}{(4 - \frac{V_2}{V}) \cdot m} \quad (3)$$

Массовую долю неионогенного поверхностно-активного вещества (НПАВ) в пересчете на оксиэтиленовые группы (ОЭГ) X_2 , %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(4 - \frac{V_1}{V}) \cdot 0,00662 \cdot 100}{m}, \quad (4)$$

где 4 — объем раствора ФМК молярной концентрации 0,01 моль/дм³, взятый для титрования, см³;

V_1 — объем раствора ДАМ молярной концентрации 0,03 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см³;

V — объем раствора ДАМ молярной концентрации 0,03 моль/дм³, соответствующий 1 см³ раствора ФМК молярной концентрации 0,01 моль/дм³ (определяют по 5.6), см³;

0,02 — масса НПАВ, содержащаяся в 2 см³ раствора сравнения, г;
0,00662 — масса ОЭГ, соответствующая 1 см³ раствора ФМК молярной концентрации 0,01 моль/дм³, г;

V_2 — объем раствора ДАМ молярной концентрации 0,03 моль/дм³, израсходованный на титрование 2 см³ раствора сравнения НПАВ, см³;

m — масса навески средства, г.

Результаты определений округляют до первого десятичного знака.

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

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ указана в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Массовая доля НПАВ	Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа	Допускаемое абсолютное расхождение между результатами двух параллельных определений
От 1,5 до 8,0 включ.	±0,2	0,4
Св. 8,0 * 15,0 *	±0,4	0,6
* 15,0 * 25,0 *	±0,6	0,7
* 25,0 * 45,0 *	±1,0	1,1

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(информационное)

БИБЛИОГРАФИЯ

- [1] ТУ 6-09-4711—81 Кальций хлорид обезвоженный (кальций хлористый) ч.
- [2] ТУ 6-09-3540—78 Кислота фосфорномолибденовая водная х.ч., ч.д.а., ч.
- [3] ТУ 6-09-3835—77 Диантипирилметан (4,4-метиленбис (2,3-диметил-1-фенил-3-пиразолин-5-он); 4,4-метилендиантипирин) ч.д.а.

УДК 661.185.6.001.4:006.354 ОКС 71.040.40 У29 ОКСТУ 2309

Ключевые слова: товары бытовой химии, метод определения, массовая доля неионогенного поверхностно-активного вещества, оксиэтиленовые группы

*Редактор Л.И. Нахимова
Технический редактор В.Н. Прусакова
Корректор В.С. Черная
Компьютерная верстка В.И. Грищенко*

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95. Сдано в набор 19.02.97. Подписано в печать 05.03.97.
Усл. печ. л. 0,70. Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 275 экз. С/Д 2300. Зак. 369.

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