ГОСТ 30828—2002

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Вещества поверхностно-активные анионные

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АКТИВНОГО ВЕЩЕСТВА

Издание официальное

БЗ 3—2001/54

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 193 «Кислоты жирные синтетические, высшие жирные спирты, поверхностно-активные вещества, технические моющие средства» (НПОАО «СинтезПАВ»)

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 5 от 1 июля 2002 г., по переписке)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Украина	Госпотребстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 28 ноября 2003 г. № 334-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 30828—2002 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 сентября 2004 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2004

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 Область применения 1
2 Нормативные ссылки. 1
3 Метод двухфазного титрования 2
4 Метод спиртовой экстракции. 4

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

Вещества поверхностно-активные анионные

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АКТИВНОГО ВЕЩЕСТВА

Anionic surface-active agents.
Methods for determination of active matter

Дата введения 2004—09—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на анионные поверхностно-активные вещества (АПАВ) — натриевые соли сульфоэтоксилатов, алкилбензолсульфонатов и алкилсульфатов различных фракций с длиной углеводородного радикала от C_{10} до C_{20} и устанавливает методы определения активного вещества (массовой доли поверхностно-активных веществ) от 10 % до 80 % включительно:

- метод двухфазного титрования;
- метод спиртовой экстракции.

Метод спиртовой экстракции является арбитражным.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

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

ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4459—75 Реактивы. Калий хромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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 25794.3—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для титрования осаждением, неводного титрования и других методов

ГОСТ 27025—86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

Издание официальное

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

3 Метод двухфазного титрования

Определение основано на титровании анализируемого анионного поверхностно-активного вещества раствором хлористого N-цетилпиридиния (ЦПХ) в присутствии смешанного индикатора в двухфазной системе вода-хлороформ.

3.1 Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

3.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 среднего класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Стакан В-1-50 ТС, В-1-250 ТС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2-100-2, 2-250-2, 2-500-2 и 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-1-250-24/29 ТС по ГОСТ 25336.

Холодильник ХШ-1-300-29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1-50-2, 2-100-2 и 2-500-2 по ГОСТ 1770.

Бюретка 1-1-2-10-0,02 по ГОСТ 29251.

Пипетка 1-2-2-5 по ГОСТ 29227.

Пипетка 2-2-10 по ГОСТ 29169.

N-гексадецилпиридиний хлорид одноводный (N-цетилпиридиний хлористый), ч., раствор молярной концентрации c ($C_{21}H_{38}NCl{\cdot}H_2O$) = 0,0035 моль/дм^3 или около 0,0040 моль/дм^3, готовят по 3.3.2.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и раствор молярной концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 1 моль/дм^3, готовят по ГОСТ 25794.1.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3, готовят по ГОСТ 25794.1.

ГСО 8068—94 Государственный стандартный образец состава цетилпиридиния хлористого.

ГСО 8049—94 Государственный стандартный образец состава додецилсульфата натрия.

Додецилсульфокислоты натриевая соль, ч.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высший сорт.

Хлороформ по ГОСТ 20015 или фармакопейный.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч. или х. ч. ледяная.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор готовят по ГОСТ 4919.1.

Метиленовый голубой (индикатор).

Индикаторы: Эозин-Н (эозин-натрий водорастворимый; тетрабромфлуоресцеина динатриевая соль) или эозин-БА (тетрабромфлуоресцеина калий-натриевая соль водная).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

3.3 Подготовка к анализу

3.3.1 Отбор проб

Пробы отбирают по нормативному или техническому документу на конкретный продукт.

3.3.2 Приготовление раствора хлористого N-цетилпиридиния (ЦПХ)

Способ 1

Готовят раствор из ГСО 8068—94 по инструкции, прилагаемой к ГСО.

Молярная концентрация полученного раствора составляет точно c ($C_{21}H_{38}NCl{\cdot}H_2O$) = = 0,0035 моль/дм^3.

Способ 2

1,5000—1,7000 г ЦПХ растворяют в 1 дм^3 дистиллированной воды. Точную молярную концентрацию приготовленного раствора определяют следующим образом:

а) с использованием ГСО 8049—94

Готовят раствор додецилсульфата натрия из ГСО 8049—94 по инструкции, прилагаемой к ГСО.

Отбирают пипеткой 10 см^3 приготовленного раствора додецилсульфата натрия, переносят в цилиндр с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см^3 и титруют раствором ЦПХ, как описано в 3.4.

Точную молярную концентрацию раствора ЦПХ C, моль/дм^3, вычисляют по формуле

$$C = \frac{0{,}1 \cdot 1000\, A\, 10}{100\, V\, 288{,}4 \cdot 100}, \qquad (1)$$

где 0,1 — масса додецилсульфата натрия в ГСО 8049—94, г;

A — массовая доля додецилсульфата натрия в ГСО 8049—94, %;

V — объем раствора ЦПХ, израсходованный на титрование, см^3;

288,4 — молярная масса эквивалента додецилсульфата натрия, г/моль.

б) с использованием натриевой соли додецилсульфокислоты

1,1400—1,1600 г натриевой соли додецилсульфокислоты взвешивают в стакане вместимостью 250 см^3. Навеску растворяют в 200 см^3 воды. Раствор количественно переносят в мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 1000 см^3, объем раствора доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Отбирают пипеткой 10 см^3 приготовленного раствора натриевой соли додецилсульфокислоты, переносят в цилиндр с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см^3 и титруют раствором ЦПХ, приготовленным по способу 2, как описано в 3.4.

Точную молярную концентрацию раствора ЦПХ C_1, моль/дм^3, вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{C_2\, 10}{V_1}, \qquad (2)$$

где C_2 — точная молярная концентрация раствора натриевой соли додецилсульфокислоты, моль/дм^3;

V_1 — объем раствора ЦПХ, израсходованный на титрование натриевой соли додецилсульфокислоты, см^3.

Точную молярную концентрацию раствора натриевой соли додецилсульфокислоты C_2, моль/дм^3, вычисляют по формуле

$$C_2 = \frac{m\, X}{288{,}4 \cdot 100}, \qquad (3)$$

где m — масса навески натриевой соли додецилсульфокислоты, взятой для приготовления раствора, г;

X — массовая доля натриевой соли додецилсульфокислоты в препарате, %;

288,4 — молярная масса эквивалента натриевой соли додецилсульфокислоты, г/моль.

Массовую долю натриевой соли додецилсульфокислоты определяют следующим образом: 5,0000—5,2000 г натриевой соли додецилсульфокислоты взвешивают в конической колбе. В колбу добавляют 25 см^3 раствора серной кислоты, присоединяют обратный холодильник и нагревают на кипящей водяной бане в течение 90 мин.

В течение первых 5—10 мин возможно интенсивное пенообразование, для устранения которого содержимое колбы осторожно перемешивают. После окончания нагревания удаляют источник тепла и содержимое колбы охлаждают до комнатной температуры. Промывают холодильник сначала 30 см^3 этилового спирта, а затем 20 см^3 воды.

К раствору добавляют несколько капель раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до розовой окраски раствора.

Одновременно проводят контрольное титрование 25 см^3 раствора серной кислоты.

Массовую долю натриевой соли додецилсульфокислоты в препарате X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{0{,}2884\,(V_3 - V_2)\,100}{m_1}, \qquad (4)$$

где 0,2884 — масса натриевой соли додецилсульфокислоты, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно 1 моль/дм^3, г;

V_3 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование навески натриевой соли додецилсульфокислоты, см^3;

V_2 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный в контрольном титровании, см^3;

m_1 — масса навески натриевой соли додецилсульфокислоты, г.

3.3.3 Приготовление смешанного индикатора

1,40 г эозина-Н или эозина-БА взвешивают в стакане, растворяют в 10 см^3 воды, добавляют 6 см^3 уксусной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят объем раствора до метки этиловым спиртом и тщательно перемешивают.

0,10 г метиленового голубого растворяют в 20 см^3 воды и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 35 см^3 концентрированной серной кислоты, доводят объем до метки водой и тщательно перемешивают.

Раствор смешанного индикатора готовят смешиванием двух частей раствора эозина и одной части раствора метиленового голубого (по объему). Раствор смешанного индикатора устойчив в течение двух суток.

3.4 Проведение анализа

Пробу анализируемого продукта взвешивают в стакане вместимостью 50 см^3.

Масса навески в зависимости от предполагаемой массовой доли активного вещества в продукте указана в таблице 1.

Таблица 1

Массовая доля активного вещества в продукте, %	Масса навески, г
От 10 до 30 включ. Св. 30 » 80 »	От 5,0000 до 3,0000 » 3,0000 » 2,0000

Навеску растворяют в 40 см^3 горячей воды. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, перемешивают и объем раствора доводят до метки водой.

10 см^3 раствора пипеткой переносят в цилиндр с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см^3, добавляют 20 см^3 воды, 15 см^3 хлороформа, 2 см^3 смешанного индикатора и титруют раствором ЦПХ, приготовленным по 3.3.2. В начале титрования, когда получающаяся эмульсия еще трудно разделяется, раствор ЦПХ добавляют порциями по 1 см^3. После добавления каждой порции закрывают цилиндр пробкой и энергично встряхивают. С приближением конца титрования образующаяся эмульсия после встряхивания легко расслаивается и раствор ЦПХ добавляют по 0,1 см^3, а в конце титрования по каплям. Титрование проводят до перехода голубовато-зеленой окраски хлороформного слоя в светлую красно-фиолетовую.

3.5 Обработка результатов

Массовую долю активного вещества X, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{E\,C_3\,V_4\,250 \cdot 100}{m_2\,1000 \cdot 10}, \qquad (5)$$

где E — средняя молярная масса эквивалента анализируемого продукта, г/моль;

C_3 — точная молярная концентрация раствора ЦПХ (0,0035 моль/дм^3 или определяемая по 3.3.2, способ 2), моль/дм^3;

V_4 — объем раствора ЦПХ, израсходованный на титрование раствора анализируемого продукта, см^3;

m_2 — масса навески анализируемого продукта, г.

Результат определения округляют до первого десятичного знака.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результатов анализа ±0,1 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

4 Метод спиртовой экстракции

Определение основано на экстрагировании из анализируемого АПАВ веществ, растворимых в этиловом спирте, отгонке этилового спирта, высушивании остатка, анализе его на содержание хлористого натрия и определении веществ, растворимых в петролейном эфире.

4.1 Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 среднего класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий температуру (65±3) и (80±3) °С.

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерений температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 2 °С по ГОСТ 28498.

Баня водяная.

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336, заполненный обезвоженным хлористым кальцием.

Колба Кн-1-250-29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1-50-2 и 1-100-2 по ГОСТ 1770.

Воронка ВД-3-250 ХС по ГОСТ 25336.

Воронка В-56-80ХС по ГОСТ 25336.

Холодильник ХПТ 2-400-14/23 ХС и ХШ-1-300-29/32 по ГОСТ 25336.

Изгиб И < 75°2К-29/32 — 14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Бюретка 1-1-2-10-0,02 по ГОСТ 29251.

Пипетка 1-2-2-2 по ГОСТ 29227.

Пипетка 2-2-20 по ГОСТ 29169.

Колба мерная 2-250-2 по ГОСТ 1770.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор с массовой долей 10 %.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор молярной концентрации c ($AgNO_3$) = = 0,02 моль/дм^3, готовят по ГОСТ 25794.3.

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459, раствор с массовой долей 5 %.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166, свежепрокаленный при 400 °С—450 °С.

Метиловый красный (индикатор), раствор готовят следующим образом: 0,05 г метилового красного растворяют в 150 см^3 этилового спирта и 100 см^3 воды.

Кальция хлорид обезвоженный (кальций хлористый), ч.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высший сорт, раствор с объемной долей 50 %.

Эфир петролейный, фракция 40 °С—70 °С (допускается использовать фракцию, выкипающую до 55 °С).

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Фильтры обеззоленные «синяя лента».

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

4.3 Подготовка к анализу

4.3.1 Отбор проб

Пробы отбирают по нормативному или техническому документу на конкретный продукт.

4.4 Определение веществ, растворимых в этиловом спирте

Пробу анализируемого продукта взвешивают в конической колбе со шлифом.

Масса навески в зависимости от предполагаемой массовой доли активного вещества в продукте указана в таблице 2.

Таблица 2

Массовая доля активного вещества в продукте, %	Масса навески, г
От 10 до 20 включ.	От 2,5000 до 1,5000
Св. 20 » 30 »	» 1,5000 » 0,8000
» 30 » 80 »	» 0,8000 » 0,5000

В колбу с навеской приливают 100 см^3 этилового спирта и вносят 0,1—0,2 г сернокислого натрия, кипятят на водяной бане с обратным холодильником 30 мин. Удаляют источник тепла, колбу с содержимым выдерживают 5—10 мин и раствор осторожно декантируют в доведенную до постоянной массы коническую колбу через фильтр «синяя лента» таким образом, чтобы осадок не попадал на фильтр.

Экстракцию повторяют еще два раза, расходуя по 50 см^3 этилового спирта, при этом кипячение проводят в течение 10 мин. Затем раствор с осадком переносят на фильтр, тщательно промывают осадок на фильтре два раза горячим этиловым спиртом порциями по 25 см^3. В процессе экстракции допускается проводить частичную отгонку спирта.

После промывки осадка спирт из колбы с фильтратом полностью отгоняют на водяной бане. Остаток в колбе после отгонки спирта высушивают в сушильном шкафу при температуре (80±3) °С до постоянной массы.

Первое взвешивание проводят через 3 ч высушивания, последующие — через 0,5 ч. Колбу с остатком перед взвешиванием охлаждают в эксикаторе. Высушивание заканчивают, если изменение массы между двумя последующими взвешиваниями будет не более 0,003 г.

Массовую долю веществ, растворимых в этиловом спирте, X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_3\,100}{m_4}, \qquad (6)$$

где m_3 — масса остатка, растворимого в этиловом спирте, после высушивания, г;

m_4 — масса навески анализируемого продукта, г.

Результат определения округляют до второго десятичного знака.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, указанное в таблице 3.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ указана в таблице 3.

Таблица 3

В процентах

Массовая доля активного вещества в продукте	Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа	Допускаемое абсолютное расхождение между результатами двух параллельных определений
От 10 до 20 включ.	±0,15	0,43
Св. 20 » 30 »	±0,13	0,39
» 30 » 80 »	±0,17	0,48

4.5 Определение хлористого натрия

Остаток в колбе после высушивания (4.4) растворяют в воде и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят объем раствора до метки водой и тщательно перемешивают.

20 см^3 раствора пипеткой переносят в коническую колбу, приливают 20 см^3 воды, добавляют 2—3 капли раствора метилового красного. Если раствор приобретает желтую окраску, то его нейтрализуют раствором азотной кислоты до появления розового окрашивания.

Затем в колбу добавляют 2 см^3 раствора хромовокислого калия и при постоянном перемешивании титруют раствором азотнокислого серебра до перехода лимонно-желтой окраски раствора в оранжево-красную.

Массовую долю хлористого натрия X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{0{,}00117\,V_5\,K\,250 \cdot 100}{m_3\,20}, \qquad (7)$$

где 0,00117 — масса хлористого натрия, соответствующая 1 см^3 раствора азотнокислого серебра молярной концентрации точно 0,02 моль/дм^3, г;

V_5 — объем раствора азотнокислого серебра молярной концентрации 0,02 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

K — поправочный коэффициент раствора азотнокислого серебра;

m_3 — масса остатка, растворимого в этиловом спирте, после высушивания, г.

Результат определения округляют до первого десятичного знака.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,06 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результатов анализа ±0,02 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4.6 Определение веществ, растворимых в петролейном эфире

В конической колбе взвешивают пробу анализируемого продукта. Масса навески в зависимости от предполагаемой массовой доли веществ, растворимых в петролейном эфире, указана в таблице 4.

Таблица 4

Массовая доля веществ, растворимых в петролейном эфире (в пересчете на 100 %-ное активное вещество), %	Масса навески, г
До 1,5 включ.	От 20,0000 до 7,0000
Св. 1,5 » 3,0 »	» 7,0000 » 4,0000

В колбу с навеской приливают 100 см^3 50 %-ного этилового спирта и перемешивают содержимое колбы до полного растворения навески. Раствор количественно переносят в делительную воронку, промывая колбу 20 см^3 50 %-ного этилового спирта, а затем 20 см^3 петролейного эфира.

В делительную воронку приливают 30 см^3 петролейного эфира, закрывают воронку пробкой, тщательно встряхивают и оставляют стоять до тех пор, пока слой эфира не станет прозрачным.

Нижний слой сливают в колбу, в которой проводилось растворение навески, а верхний слой сливают во вторую делительную воронку.

Экстракцию из водно-спиртового раствора повторяют три раза порциями (по 30 см^3) петролейного эфира.

Объединенные эфирные вытяжки промывают в делительной воронке 50 %-ным этиловым спиртом два раза порциями по 50 см^3 и фильтруют в коническую колбу со шлифом, высушенную до постоянной массы, через двойной бумажный фильтр, на который предварительно помещают 4—5 г свежепрокаленного сернокислого натрия. Воронку два раза ополаскивают порциями по 10—15 см^3 петролейного эфира и фильтруют в колбу через сернокислый натрий.

Эфир отгоняют на водяной бане, а остаток в колбе высушивают в сушильном шкафу при температуре (65±3) °С до постоянной массы.

Первое взвешивание проводят через два часа, последующие — через 30 мин. Колбу с остатком каждый раз перед взвешиванием охлаждают в эксикаторе. Высушивание заканчивают, если изменение массы между двумя последующими взвешиваниями будет не более 0,002 г.

Массовую долю веществ, растворимых в петролейном эфире, X_4, %, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m_4\,100}{m_5}, \qquad (8)$$

где m_4 — масса остатка, растворимого в петролейном эфире, после высушивания, г;

m_5 — масса навески анализируемого продукта, г.

Результат определения округляют до второго десятичного знака.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,11 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результатов анализа ±0,04 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4.7 Обработка результатов

Массовую долю активного вещества X_5, %, вычисляют по формуле

$$X_5 = X_2 - X_3 - X_4, \qquad (9)$$

где X_2 — массовая доля веществ, растворимых в этиловом спирте, определяемая по 4.4, %;

X_3 — массовая доля хлористого натрия, определяемая по 4.5, %;

X_4 — массовая доля веществ, растворимых в петролейном эфире, определяемая по 4.6, %.

Результат определения округляют до первого десятичного знака.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,2 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

УДК 661.185:543.06:006.354 МКС 71.040.40 Л29 ОКСТУ 2409

Ключевые слова: анионные поверхностно-активные вещества, активное вещество, двухфазное титрование, спиртовая экстракция

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *Н.Л. Рыбалко*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 24.12.2003. Подписано в печать 08.01.2004. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд.л. 0,90.
Тираж 304 экз. С 110. Зак. 67.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102