ГОСТ Р 51022—97

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ТОВАРЫ БЫТОВОЙ ХИМИИ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АНИОННОГО ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНОГО ВЕЩЕСТВА

Издание официальное

БЗ 9—96/372

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

Предисловие

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

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 29 января 1997 г. № 27

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1997

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

Хлороформ фармакопейный или хлороформ по ГОСТ 20015.

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.

Вещество поверхностно-активное анионное, которое используют для изготовления 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.

4.3 Подготовка к анализу

4.3.1 Отбор пробы — по 3.3.1 настоящего стандарта.

4.3.2 *Приготовление раствора азура I*

(40±5) мг азура I, растертого в ступке, растворяют в 5 см^3 раствора серной кислоты в мерной колбе вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

4.3.3 *Приготовление раствора сравнения АПАВ*

Раствор сравнения АПАВ с массовой концентрацией активного вещества 0,9—1,3 мг/см^3 готовят по 3.3.3 настоящего стандарта.

1 см^3 приготовленного раствора пипеткой вместимостью 1 см^3 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора сравнения должен содержать 0,009—0,013 мг активного вещества.

Раствор сравнения пригоден в течение 2 сут.

4.3.4 *Подготовка пробы средства к анализу*

Для порошкообразных средств часть представительной пробы растирают в ступке до исчезновения гранул и комочков. Навеска средства для проведения анализа должна быть указана в нормативном документе на анализируемое средство.

Навеску средства взвешивают в стаканчике.

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

Для анализа используют водный раствор или водную вытяжку средства.

Навеску средства из стаканчика количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 с помощью дистиллированной воды, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают. В случае пастообразных и порошкообразных средств рас-

твору дают отстояться 20—30 мин. Пипеткой вместимостью 10 см^3 отбирают 10 см^3 полученного раствора и переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

4.4 Проведение анализа

В делительную воронку вносят 25 см^3 раствора однозамещенного фосфорнокислого калия, 3 см^3 раствора серной кислоты, 1 см^3 раствора азура I, пипеткой вместимостью 5 см^3 вносят 5 см^3 приготовленного раствора пробы средства, добавляют 10 см^3 хлороформа пипеткой вместимостью 10 см^3 и встряхивают в течение 2 мин. После разделения хлороформный слой сливают через лабораторную воронку с небольшим кусочком ваты, смоченным хлороформом и тщательно отжатым для удаления избытка его, в пробирку с притертой пробкой. Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий АПАВ. Затем измеряют оптическую плотность хлороформного раствора по отношению к контрольному раствору на фотоэлектроколориметре при длине волны (590±10) нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

Аналогичное определение проводят с 5 см^3 раствора сравнения соответствующего АПАВ, приготовленного по 4.3.3.

4.5 Обработка результатов

Массовую долю анионного поверхностно-активного вещества (АПАВ) X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{A_1 \cdot 500 \cdot 250 \cdot C \cdot 100}{A \cdot m \cdot 10 \cdot 1000}, \qquad (3)$$

где A_1 — оптическая плотность анализируемого раствора;

C — массовая концентрация АПАВ в растворе сравнения, мг/см^3;

A — оптическая плотность раствора сравнения;

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 2.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результатов анализа при доверительной вероятности P = 0,95 указана в таблице 2.

Таблица 2

В процентах

Массовая доля АПАВ	Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа	Допускаемое абсолютное расхождение между результатами двух параллельных определений
От 1,5 до 10,0 включ.	±0,1	0,2
Св. 10,0 » 35,0 »	±0,3	0,4

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(информационное)

БИБЛИОГРАФИЯ

[1] ТУ 6—09—15—121—74 *N*-гексадецилпиридиний хлорид одноводный (*N*-цетилпиридиний хлористый) ч.
[2] ТУ 6—09—09—70—77 *N*-гексадецилпиридиний бромид (*N*-цетилпиридиний бромистый) ч.
[3] ТУ 6—09—07—1600—87 Эозин БА (тетрабромфлуоресцеина калий-натриевая соль, водная) ч.д.а.
[4] ТУ 6—09—183—75 Эозин Н, индикатор (эозин-натрий водорастворимый; тетрабромфлуоресцеина динатриевая соль) ч.д.а.
[5] ТУ 6—09—4937—80 Азур I

УДК 661.185.6.001.4:006.354 ОКС 71.040.40 У29 ОКСТУ 2309

Ключевые слова: товары бытовой химии, метод двухфазного титрования, метод фотоколориметрический, анионное поверхностно-активное вещество

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95. Подписано в печать 15.10.97.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,80. Доп. тираж 36 экз. С/Д 2304. Зак. 371.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Метод двухфазного титрования 2
4 Фотоколориметрический метод 7
Приложение А Библиография 11

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Товары бытовой химии

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АНИОННОГО ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНОГО ВЕЩЕСТВА

Goods of household chemistry. Methods for determination of anionic 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 методы определения массовой доли анионного поверхностно-активного вещества (АПАВ) от 1,5 до 35,0 % включительно: метод двухфазного титрования и фотоколориметрический метод.

Фотоколориметрический метод является арбитражным.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

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

ГОСТ 4198—75 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 10929—76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

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

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. 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 29169—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть I. Общие требования

ГОСТ 29251—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть I. Общие требования

3 МЕТОД ДВУХФАЗНОГО ТИТРОВАНИЯ

Сущность метода заключается в титровании АПАВ раствором *N*-гексадецилпиридиний хлорида (ГДПХ) или *N*-гексадецилпиридиний бромида (ГДПБ) 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 общего назначения 2-го и 4-го классов точности по ГОСТ 24104 с наибольшими пределами взвешивания 200 г и 1 кг соответственно.

Часы.

Стаканчик СВ-24/10 по ГОСТ 25336.

Колбы 1-250-2, 1-500-2, 1-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-2-1, 2-2-10, 2-2-20 по ГОСТ 29169.

Пипетка 2-2-2-5 по ГОСТ 29227.

Бюретка 1-3-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

Цилиндры 1-25-2, 1-50-2, 2-100-2, 1-250-2 по ГОСТ 1770.

Стакан В-1-400 ТХС по ГОСТ 25336.

Ступка 5 с пестиком 3 по ГОСТ 9147.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

N-гексадецилпиридиний хлорид по нормативному документу [1] (приложение А) или *N*-гексадецилпиридиний хлорид фармакопейный, раствор молярной концентрации c ($C_{21}H_{38}NCl \cdot H_2O$) = =0,003 моль/дм^3 (0,003 М) или *N*-гексадецилпиридиний бромид по нормативному документу [2], раствор молярной концентрации c ($C_{21}H_{38}BrN$) = 0,002 моль/дм^3 (0,002 М).

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Хлороформ фармакопейный или хлороформ по ГОСТ 20015.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.д.а., концентрированная и раствор молярной концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), приготовленный по ГОСТ 25794.1.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х.ч.

Эозин БА по нормативному документу [3] или эозин Н по нормативному документу [4].

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, х.ч.

Метиленовый голубой (индикатор).

Вещество поверхностно-активное анионное, которое используют для изготовления средства.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

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

3.3 Подготовка к анализу

3.3.1 *Отбор пробы*

Отбор пробы — по нормативному документу на анализируемое средство.

Представительную пробу тщательно перемешивают.

3.3.2 *Приготовление раствора N-гексадецилпиридиний хлорида (ГДПХ) молярной концентрации 0,003 моль/дм^3 или N-гексадецилпиридиний бромида (ГДПБ) молярной концентрации 0,002 моль/дм^3*

1,0740 г ГДПХ или 0,7690 г ГДПБ помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

3.3.3 *Приготовление раствора сравнения АПАВ*

Из образца АПАВ, которое было использовано для изготовления средства, с известной массовой долей основного вещества, определяемой в соответствии с нормативным документом, готовят раствор сравнения массовой концентрации активного вещества 0,9—1,3 мг/см³.

Массу навески АПАВ, необходимую для приготовления раствора сравнения, m, г, вычисляют по формуле

$$m = \frac{C \cdot V \cdot 100}{C_1 \cdot 1000}, \qquad (1)$$

где C — массовая концентрация АПАВ в растворе сравнения, мг/см³;

V — объем мерной колбы, используемой для приготовления раствора сравнения, см³;

C_1 — массовая доля основного вещества в образце АПАВ, которое было использовано для изготовления средства, определенная в соответствии с нормативным документом, %.

Раствор сравнения пригоден в течение 2 сут.

3.3.4 *Приготовление раствора смешанного индикатора*

Раствор А: 1,40 г эозина БА или эозина Н растворяют в 10 см³ воды в мерной колбе вместимостью 500 см³, приливают 5 см³ уксусной кислоты, доводят объем раствора этиловым спиртом до метки и перемешивают.

Раствор Б: 0,08 г индикатора метиленового голубого растворяют в 170 см³ воды в стакане вместимостью 400 см$_3$, прибавляют 30 см³ концентрированной серной кислоты и перемешивают.

Растворы А и Б хранят в отдельных склянках.

Для приготовления раствора смешанного индикатора к одной части раствора Б прибавляют четыре части раствора А и перемешивают.

Раствор смешанного индикатора готовят непосредственно перед проведением анализа в необходимом количестве.

3.3.5 *Подготовка пробы средства к анализу*

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

Навеска средства для проведения анализа должна быть указана в нормативном документе на анализируемое средство.

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

Для анализа используют водный раствор или водную вытяжку средства.

3.3.5.2 Жидкости

Навеску средства из стаканчика количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$ с помощью дистиллированной воды, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

3.3.5.3 Порошки (кроме содержащих активный хлор в виде монохлорамина ХБ, двухосновной соли гипохлорита кальция, хлорциануратов), суспензии, пасты

Навеску средства из стаканчика количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$ с помощью дистиллированной воды, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают. Раствору дают отстояться в течение 30 мин.

3.3.5.4 Порошки, содержащие активный хлор (в виде монохлорамина ХБ, двухосновной соли гипохлорита кальция, хлорциануратов)

Навеску средства из стаканчика переносят с помощью 100 $см^3$ дистиллированной воды в стакан вместимостью 400 $см^3$, добавляют 2 $см^3$ пероксида водорода, 1 $см^3$ этилового спирта, доводят до кипения и осторожно кипятят при умеренном нагревании в течение 30 мин для разрушения монохлорамина ХБ или 5 мин для разрушения хлорциануратов и двухосновной соли гипохлорита кальция.

Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и дают отстояться в течение 30 мин.

3.4 Проведение анализа

Объем раствора, необходимый для анализа, должен быть указан в нормативном документе на анализируемое средство.

3.4.1 Объем раствора средства, приготовленного по 3.3.5.2 или 3.3.5.3 (кроме порошков, содержащих активный хлор в виде хлортринатрий фосфата, хлорамина Б и гипохлорита кальция), или 3.3.5.4, пипеткой помещают в цилиндр вместимостью 100 $см^3$, приливают 5 $см^3$ раствора серной кислоты, 1 $см^3$ смешанного индикатора, 10 $см^3$ хлороформа и доводят объем водой до 50 $см^3$.

3.4.2 Объем раствора средства, приготовленного по 3.3.5.3, содержащего активный хлор (в виде хлортринатрий фосфата, хлорамина Б, гипохлорита кальция), пипеткой помещают в цилиндр вместимостью 100 см^3, приливают 2 см^3 пероксида водорода, перемешивают, добавляют 5 см^3 раствора серной кислоты, 1 см^3 смешанного индикатора, 10 см^3 хлороформа и доводят объем водой до 50 см^3.

3.4.3 Титрование проводят раствором ГДПХ или ГДПБ до перехода окраски хлороформного слоя от голубого до розового цвета. После прибавления каждой порции титранта цилиндр закрывают пробкой и перемешивают его содержимое интенсивным встряхиванием. По мере прибавления титранта расслаивание в цилиндре происходит быстрее. Перед концом титрования титрант прибавляют порциями по 0,05 см^3.

Аналогичным образом титруют 10 см^3 соответствующего раствора сравнения АПАВ.

3.5 Обработка результатов

Массовую долю анионного поверхностно-активного вещества (АПАВ) X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot C \cdot 250 \cdot 10 \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot V_2 \cdot 1000}, \qquad (2)$$

где V — объем раствора ГДПХ молярной концентрации 0,003 моль/дм^3 или объем раствора ГДПБ молярной концентрации 0,002 моль/дм^3, израсходованный на титрование раствора анализируемого средства, см^3;

C — массовая концентрация АПАВ в растворе сравнения, мг/см^3;

V_1 — объем раствора ГДПХ молярной концентрации 0,003 моль/дм^3 или объем раствора ГДПБ молярной концентрации 0,002 моль/дм^3, израсходованный на титрование 10 см^3 раствора сравнения АПАВ, см^3;

m — масса навески средства, г;

V_2 — объем раствора средства, взятый для анализа, см^3.

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 АПАВ	Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа	Допускаемое абсолютное расхождение между результатами двух параллельных определений
От 1,5 до 5,0 включ.	±0,1	0,2
Св. 5,0 » 10,0 »	±0,2	0,2
» 10,0 » 15,0 »	±0,3	0,3
» 15,0 » 35,0 »	±0,5	0,6

4 ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Сущность метода заключается в образовании окрашенного в синий цвет комплексного соединения анионного поверхностно-активного вещества (АПАВ) с азуром I, экстракции его хлороформом с последующим фотометрическим измерением оптической плотности раствора.

4.1 Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

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

Фотоэлектроколориметр любого типа, обеспечивающий измерение оптической плотности при длине волны (590±10) нм.

Часы.

Стаканчик СВ-24/10 по ГОСТ 25336.

Ступка 2 с пестиком 1 и ступка 5 с пестиком 3 по ГОСТ 9147.

Колбы 1-100-2, 1-250-2, 1-500-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2-2-1, 2-2-5, 2-2-10 по ГОСТ 29169.

Пипетка 2-2-2-5 по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1-25-2 по ГОСТ 1770.

Пробирка П-2-15-14/23 ХС по ГОСТ 1770.

Воронка ВД-1-100 ХС по ГОСТ 25336.

Воронка В-36-50 ХС по ГОСТ 25336.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, раствор молярной концентрации c (KH_2PO_4) = 0,01 моль/дм^3 (0,01 М).

Азур I по нормативному документу [5].

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор молярной концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.).