

ГОСТ Р 50061—92
(ИСО 6843—88)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**ВЕЩЕСТВА ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫЕ.
СУЛЬФАТИРОВАННЫЕ
ЭТОКСИЛИРОВАННЫЕ
СПИРТЫ И АЛКИЛФЕНОЛЫ**

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СРЕДНЕЙ ОТНОСИТЕЛЬНОЙ
МОЛЕКУЛЯРНОЙ МАССЫ**

Издание официальное

БЗ 7—92/736

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ****ВЕЩЕСТВА ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫЕ,
СУЛЬФАТИРОВАННЫЕ ЭТОКСИЛИРОВАННЫЕ
СПИРТЫ И АЛКИЛФЕНОЛЫ****Определение средней относительной
молекулярной массы**Surface active agents. Sulphated ethoxylated
alcohols and alkyl phenols. Determination of
mean relative molecular mass**ГОСТ****Р 50061—92****(ИСО 6843—88)**

ОКСТУ 2409

Дата введения 01.07.93

Настоящий стандарт устанавливает метод определения относительной средней молекулярной массы анионноактивного вещества, присутствующего в обычных торговых продуктах сульфатирования этоксилированных спиртов или алкилфенолов, являющихся сульфатами алкилоксиэтилена (сульфатами этоксилированных спиртов) или сульфатами алкилфенолоксиэтилена (сульфатами этоксилированных алкилфенолов), содержащими не более 20 оксиэтиленовых групп на молекулу.

В приложении представлена общая схема анализа.

1. ССЫЛКИ

- ГОСТ 6732.2 «Красители органические, продукты промежуточные для красителей, вещества текстильно-вспомогательные. Методы отбора проб».
- ГОСТ 22567.1 «Средства моющие синтетические. Метод определения пенообразующей способности».
- ГОСТ 1770 «Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия».
- ГОСТ 28954 «Вещества поверхностно-активные и средства моющие. Определение содержания анионноактивного вещества методом прямого двухфазного титрования вручную или механическим путем».

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

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

- ГОСТ 25336 «Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры».
- ГОСТ 22567.6* «Средства моющие синтетические. Метод определения массовой доли поверхностно-активных веществ».

2. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Из раствора навески насыщенного хлоридом натрия экстрагируют алкилэтоксисульфат смесью этилацетата и бутанола-1, затем из водной фазы, содержащей полигликоль, выпаривают водный раствор сульфата полигликоля и, возможно, присутствующие следы этоксисульфатов. Затем обработкой метанолом и фильтрацией удаляют содержащиеся в остатке соли.

Выпаривают аликвотную часть фильтрата и взвешивают остаток, затем вновь растворяют в воде и определяют содержание хлорида натрия и анионноактивного вещества.

Массовую долю полигликоля определяют пропусканием оставшейся части фильтрата через ионообменную смолу.

По разности массовых долей вышеопределенных соединений определяют содержание сульфата полигликоля.

Из содержания анионного поверхностно-активного вещества (алкилэтоксисульфата) и содержания анионного поверхностно-активного вещества, определенного двухфазным титрованием, определяют относительную среднюю молекулярную массу.

Примечание. Содержание анионного поверхностно-активного вещества (алкилэтоксисульфата) получают по разнице между содержанием общего активного вещества и содержанием несульфатированного вещества и сульфата полигликоля.

3. РЕАКТИВЫ И ПРОДУКТЫ

При проведении анализа используют реактивы только известного качества и дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

3.1. Метанол.

3.2. Натрий хлористый.

3.3. Этилацетат-бутанол-1, смесь (9+1) по объему.

3.4. Натрий хлористый, раствор 59 г/дм³.

3.5. Кислота соляная, раствор 73 г/дм³.

3.6. Натрия гидроксид, раствор 80 г/дм³.

3.7. Серебра нитрат, титрованный раствор концентрации $c(\text{AgNO}_3) = 0,100$ моль/дм³.

* Следуют указаниям ГОСТ 22567.6 до применения в качестве государственных стандартов ИСО 6842 и ИСО 8799.

3.8. Смола катионообменная в водородной форме, сульфогруппа на полистирольной стеке, 2% поперечных связей, размер частиц 150—330 мкм.

3.9. Смола анионообменная в хлоридной форме, группа четвертичного аммония на полистирольной сетке, 2% поперечных связей, размер частиц 150—330 мкм.

4. АППАРАТУРА

Обычное лабораторное оборудование и

4.1. Воронки делительные вместимостью 250 см³.

4.2. Воронка делительная в рубашке вместимостью 250 см³.

4.3. Колба мерная вместимостью 100 см³.

4.4. Баня водяная, регулируемая при 50°C.

4.5. Холодильник обратный.

4.6. Аппарат выпарной роторный с колбами круглодонными вместимостью 250 см³.

4.7. Колонка ионообменная: трубка стеклянная внутренним диаметром 25 мм и длиной 200 мм, суженная в нижней части, снабженная стеклянным краном. Ионообменная смола удерживается в нижней части трубки слоем 10—20 мм стеклянной ваты или пластинкой из пористого стекла.

5. ОТБОР ОБРАЗЦА

Лабораторный образец поверхностно-активного вещества следует отбирать и хранить в соответствии с требованиями ГОСТ 6732.2.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

6.1. Навеска

Лабораторный образец при необходимости гомогенизируют добавкой некоторого количества воды известного и соответствующего качества. Берут навеску, содержащую приблизительно 25 ммоль анионного активного вещества, с погрешностью 0,1 г и помещают в химический стакан вместимостью 100 см³.

6.2. Приготовление ионообменных смол

При необходимости ионообменные смолы можно получить в количествах менее 1 кг и пропорционально с меньшими объемами реактивов.

6.2.1. Смола анионообменная

1 кг анионообменной смолы (п. 3.9) оставляют на 48 ч в воде для набухания, затем переносят в соответствующую колонку, пропускают через нее 5 л раствора гидроксида натрия (п. 3.6), а затем 2—3 л воды. После этого пропускают 4 л раствора соляной

кислоты (п. 3.5) и снова промывают 2—3 л воды. Полученную таким образом смолу следует хранить под водой.

6.2.2. Смола катионообменная

1 кг катионообменной смолы (п. 3.8) оставляют на 48 ч в воде для набухания, затем переносят в соответствующую колонку, пропускают через нее 5 л раствора соляной кислоты (п. 3.5) и промывают водой до нейтральной реакции. Полученную таким образом смолу следует хранить под водой.

6.3. Применение смол

Отбирают 25 см³ анионообменной смолы, полученной в соответствии с п. 6.2.1, и переносят в ионообменную колонку (п. 4.7). Пропускают пятикратный по сравнению с объемом смолы объем раствора гидроксида натрия (п. 3.6), промывают водой до нейтральной реакции, а затем промывают одно- или двухкратным объемом метанола (п. 3.1), равным объему смолы.

Отбирают нужное количество катионообменной смолы в соответствии с п. 6.2.2 и дважды промывают объемом метанола, равным объему смолы.

6.4. Приготовление ионообменной колонки со смешанным ионитом

В химическом стакане смешивают 25 см³ катионообменной смолы и 25 см³ анионообменной смолы (п. 6.3). Заполняют смесью колонку (п. 4.7) небольшими количествами, уплотняют смолу стеклянной палочкой, чтобы получить объем 50—60 см³ и промывают 500 см³ метанола (п. 3.1).

6.5. Отделение сульфата полигликоля

6.5.1. Растворяют навеску (п. 6.1) в 50 см³ раствора хлористого натрия (п. 3.4) и 50 см³ смеси этилацетата и бутанола-1 (п. 3.3).

Переносят раствор в делительную воронку (п. 4.1) и ополаскивают химический стакан несколькими кубическими сантиметрами раствора хлорида натрия (п. 3.4) и смеси этилацетата и бутанола-1, затем добавляют в делительную воронку, промывая раствор.

Делительную воронку энергично встряхивают и оставляют для разделения фаз. Водную фазу сливают во вторую делительную воронку (п. 4.1), добавляют туда 50 см³ смеси этилацетата и бутанола-1 и перемешивают.

Водную фазу сливают в делительную воронку с рубашкой (п. 4.2), терморегулируемой при 60°C, добавляют 5 г хлористого натрия (п. 3.2) и перемешивают до полного растворения. Добавляют 50 см³ смеси этилацетата и бутанола-1 и перемешивают. После разделения фаз водную фазу сливают в круглодонную колбу вместимостью 250 см³ (п. 4.6) и выпаривают досуха в ротаторном испарителе (п. 4.6) на водяной бане (п. 4.4) при температуре 60°C под вакуумом, полученным с помощью водоструйного насоса.

К полученному остатку добавляют 30 см³ метанола (п. 3.1), доводят до кипения в течение 3 мин с обратным холодильником и фильтруют на фильтровальной бумаге средней плотности, собирая фильтрат в колбу вместимостью 250 см³ (п. 4.6). Повторяют эти операции трижды, сразу же одну за другой и снова выпаривают досуха с помощью роторного испарителя.

Полученный остаток снова обрабатывают 30 см³ метанола (п. 3.1), доводят до кипения в течение 3 мин с обратным холодильником и фильтруют через бумагу средней плотности, собирая фильтрат в мерной колбе (п. 4.3). Повторяют эти операции трижды, одну за другой и доводят объем до метки метанолом.

С помощью пипетки вводят 50 см³ раствора в предварительно градуированный химический стакан вместимостью 150 см³, испаряют при помощи струи азота, сушат при 105°C до постоянной массы и остаток взвешивают (m_1).

6.5.2. Оставшиеся 50 см³ из мерной колбы пропускают через колонку (п. 6.4).

Расход устанавливают 5 см³/мин и промывают 100 см³ метанола. Элюат после промывания переносят порциями в градуированную колбу вместимостью 250 см³ (п. 4.6), выпаривают с помощью роторного испарителя на водяной бане при 50°C под вакуумом, полученным, например, при использовании водоструйного насоса, сушат при 105°C до получения постоянной массы и остаток взвешивают (m_2).

6.5.3. Остаток (m_1) растворяют в 50 см³ воды. В 10 см³ этого раствора определяют содержание анионного вещества (A_2) прямым двухфазным титрованием в соответствии с ГОСТ 28954.

6.5.4. В других порциях по 10 см³ этого раствора определяют содержание хлоридов, обрабатывая раствором нитрата серебра (п. 3.7).

6.6. Определение относительной средней молекулярной массы

Относительную среднюю молекулярную массу вычисляют по формуле, приведенной в п. 7.1.2.

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1. Метод вычисления

7.1.1. Содержание сульфата полигликоля

Содержание сульфата полигликоля (PS) в массовых процентах вычисляют по формуле

$$PS = R - P - A,$$

7.1.1.1. R — массовый процент остатка от водной фазы после экстракции смесью этилацетата и бутанола-1, рассчитанный по формуле

$$R = \frac{(2n_1 - 0,0585V) \cdot 100}{m_0},$$

где m_0 — масса навески (п. 6.1), г;

m_1 — масса остатка от водной фазы, полученного в п. 6.5.1, г;

V — объем раствора нитрата серебра (п. 3.7), использованный в п. 6.5.4, см³.

7.1.1.2. P — массовый процент полигликоля в водной фазе после экстракции смесью этилацетата и бутанола-1, вычисляемый по формуле

$$P = \frac{2n_2 \cdot 100}{m_0},$$

где m_0 — масса навески (п. 6.1), г;

m_2 — масса остатка после пропускания 50 см³ метанольного раствора (п. 6.5.1) через ионообменную колонку (п. 6.5.2), г.

7.1.1.3. A — массовый процент анионноактивного вещества в водной фазе после экстракции смеси этилацетата и бутанола-1, вычисляемый по формуле

$$A = \frac{A_2(AT + P - NS - R)}{A_1 - A_2},$$

где A_1 — содержание анионноактивного вещества, определенное в продукте прямым двухфазным титрованием в соответствии с ГОСТ 28954, ммоль/г;

A_2 — содержание анионноактивного вещества, определенное в водной фазе после экстракции смесью этилацетата и бутанола-1 (п. 6.5.1) прямым двухфазным титрованием (п. 6.5.3), ммоль/г;

AT — содержание общего активного вещества, определенное в соответствии с ГОСТ 22567.6, % (масс.);

P — массовый процент полигликоля, вычисляемый согласно п. 7.1.1.2;

NS — содержание несulfатированного вещества, определенное в соответствии с ГОСТ 22567.6, % (масс.);

R — массовый процент остатка от водной фазы после экстракции со смесью этилацетата и бутанола-1, вычисленный согласно п. 7.1.1.1.

7.1.2. Средняя относительная молекулярная масса

Среднюю относительную молекулярную массу вычисляют по формуле

$$10 \cdot \frac{(AT-NS-RS)}{A_1},$$

где AT — содержание общего активного вещества, определенное в соответствии с ГОСТ 22567.6, % (масс.);

NS — содержание несультфатированного вещества, определенное в соответствии с ГОСТ 22567.6, % (масс.);

PS — содержание сульфата полигликоля, вычисленное согласно п. 7.1.1, % (масс.);

A_1 — содержание анионактивного вещества, определенное в продукте прямым двухфазным титрованием в соответствии с ГОСТ 28954, ммоль/г.

7.2. Точность

7.2.1. Содержание сульфата полигликоля

Сравнительные анализы, проведенные в 15 лабораториях, дали следующие статистические данные:

среднее значение [% (m/m) сульфата полигликоля] — 1,08;

стандартное отклонение повторяемости σ_τ — 0,18;

стандартное отклонение воспроизводимости σ_R — 0,77.

7.2.2. Средняя относительная молекулярная масса

Вследствие взаимного влияния различных методов, используемых для определения и расчета средней относительной молекулярной массы, невозможно дать статистическую оценку надежности ее определения.

8. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен содержать следующую информацию:

а) все данные, необходимые для полной идентификации образца;

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

в) результаты и формы их обработки;

г) все детали работы, не предусмотренные в настоящем стандарте или стандартах, на которые сделана ссылка.