# ГОСТ 25163-82 (СТ СЭВ 2342-80) Поверхностно-активные вещества (ПАВ). Метод определения свободных полиэтиленгликолей и активного вещества в неионогенных ПАВ

ГОСТ 25163-82
(СТ СЭВ 2342-80)

Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫЕ ВЕЩЕСТВА (ПАВ)

Метод определения свободных полиэтиленгликолей
и активного вещества в неионогенных ПАВ

Surface-active substances. Method of determining of free
polyethilene glycol and an active sabstance in nonionic
 surface-active substances

Срок действия с 01.07.1982
до 01.07.1989\*
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* Ограничение срока действия снято
по протоколу Межгосударственного Совета
по стандартизации, метрологии и сертификации.
(ИУС N 2 1993 г.).

РАЗРАБОТАН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Г.А.Тембер, Л.В.Макарова, В.Н.Иванов, Т.А.Мартынова

ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

Член Коллегии П.А.Вернов

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 9 марта 1982 г. N 967

Настоящий стандарт распространяется на неионогенные поверхностно-активные вещества типа алкил- и алкилфенолполиоксиэтилатов, соответствующих формулам 1 и 2, среднее содержание оксиэтиленовых групп в которых от 2 до 10, и устанавливает метод определения массовых долей свободных полиэтиленгликолей и активного вещества.

 (1)

 , (2)

где  - алкильная группа с прямой или разветвленной цепью, содержащая от 10 до 18 атомов углерода;

 - алкильная группа с прямой или разветвленной цепью, в основном нонил или третичный октил;

 - среднее количество оксиэтиленовых групп в одной молекуле.

Сущность метода заключается в экстрагировании раствора пробы в этилацетате водным раствором хлористого натрия, при котором полиэтиленгликоли переходят в водную фазу, а неионогенное поверхностно-активное вещество - в органическую фазу, и определении массовой доли неионогенного поверхностно-активного вещества выпариванием этилацетатного экстракта, а массовой доли полиэтиленгликолей - экстракцией водного экстракта хлороформом и выпариванием хлороформного экстракта.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2342-80.

1. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Воронка делительная по ГОСТ 8613-75, вместимостью 250 и 500 см или воронка делительная с рубашкой для термостатирования (чертеж).

## Чертеж



Делительная воронка с рубашкой для термостатирования

Колбы КПКШ-250-29/32 ТС, КПКШ-500-29/32 ТС ГОСТ 10394-72.

Цилиндр по ГОСТ 1770-74, вместимостью 100 см.

Холодильник стеклянный лабораторный по ГОСТ 9499-70.

Стакан химический по ГОСТ 10394-72, вместимостью 100 см.

Фильтр беззольный "синяя лента", диаметром 9 см.

Этилацетат по ГОСТ 8981-78.

Хлороформ по ГОСТ 20015-74 или фармакопейный.

Ацетон по ГОСТ 2603-79.

Эфир петролейный по ГОСТ 11992-66, с пределами выкипания 40-60 °С.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Натрий хлористый, раствор готовят следующим образом: 300 г хлористого натрия, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см в 800 см дистиллированной воды и доводят объем до метки.

## 2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Все операции растворения и экстракции пробы проводят при температуре (35±1) °С. Используемые аппаратура, реактивы и растворы должны иметь температуру (35±1) °С.

2.2. Экстракцию полиэтиленгликолей из водного раствора хлористого натрия хлороформом допускается проводить при температуре окружающей среды (20±5) °С.

2.3. Для достижения необходимой температуры анализа работают в закрытой камере с температурой (35±1) °С или применяют делительные воронки с рубашкой для термостатирования при (35±1) °С.

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. (5±0,05) г пробы взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в стакане в таком объеме этилацетата, чтобы общий объем раствора пробы составил 75 см, и переносят в делительную воронку А вместимостью 250 см. В воронку прибавляют 50 см водного раствора хлористого натрия, встряхивают в течение 1 мин и выдерживают не менее 30 мин до четкого разделения фаз. Водный экстракт (нижний слой) сливают в делительную воронку Б вместимостью 250 см. Экстракцию повторяют три раза, прибавляя каждый раз по 50 смводного раствора хлористого натрия, и водный экстракт собирают в воронку Б. Затем в воронку Б прибавляют 25 см этилацетата и экстрагируют, как указано выше, собирая водный экстракт (нижний слой) в воронку В вместимостью 250 см.

Затем в воронку В добавляют 25 см этилацетата и экстрагируют, как указано выше, собирая водный экстракт (нижний слой) в делительную воронку Г вместимостью 500 см, а органическую фазу (верхний слой) переносят в воронку Б, в которой также находится органическая фаза. Затем в воронку Б добавляют 25 см водного раствора хлористого натрия и экстрагируют, как указано выше.

После этого воронку В промывают водным экстрактом, полученным в воронке Б, и переносят его в воронку Г. Воронку В промывают 10 см свежего водного раствора хлористого натрия и промывную жидкость также сливают в воронку Г.

Таким образом, в воронку Г собирают весь водный экстракт пробы, содержащий полиэтиленгликоль, а в воронки А и Б собирают органический экстракт, содержащий активное веще

ство.

3.2. Содержимое воронки А переносят в перегонную колбу *1* вместимостью 250 см с пришлифованной пробкой и отгоняют этилацетат. Содержимым воронки Б промывают воронку А и переносят его в перегонную колбу *1*.

Воронки А и Б последовательно, начиная с воронки Б, два раза промывают порциями этилацетата по 25 см и переносят промывную жидкость в перегонную колбу *1*. Из содержимого перегонной колбы отгоняют этилацетат, после чего к сухому остатку добавляют 75 смэтилацетата, подогретого до 45 °С, растворяют сухой остаток и сразу фильтруют через фильтровальную бумагу в перегонную колбу 2 вместимостью 250 см, предварительно взвешенную с погрешностью не более 0,001 г.

Перегонную колбу *1* и фильтр *1* промывают шесть раз порциями этилацетата по 10 см, нагретого до 35 °С. Фильтраты собирают вместе в перегонную колбу *2*.

Этилацетат из перегонной колбы *2* отгоняют на кипящей водяной бане, а остаток выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 10 см ацетона и снова выпаривают досуха. Выпаривание с добавлением 10 см ацетона повторяют еще раз, а затем к сухому остатку добавляют 10 смпетролейного эфира и выпаривают досуха. Перегонную колбу *2* закрывают и ставят в сушильный шкаф, нагретый до (100±5) °С на 10 мин, продувают струей воздуха и взвешивают с погрешностью не более 0,001 г.

Операции, начиная с прибавления 10 см ацетона, повторяют до тех пор, пока разница между двумя последовательными взвешиваниями будет равна или будет менее 0,005

г.

3.3. В делительную воронку Г, содержащую водную фазу, добавляют 100 см хлороформа, встряхивают в течение 1 мин и выдерживают не менее 15 мин. Затем переносят хлороформный слой в перегонную колбу вместимостью 500 см. Экстракцию повторяют два раза, используя каждый раз 100 см хлороформа.

Из собранных экстрактов отгоняют на водяной бане хлороформ и затем выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 50 см хлороформа. Полученный раствор фильтруют через фильтровальную бумагу в предварительно взвешенную перегонную колбу *3* вместимостью 250 см. Перегонную колбу *1* и фильтр промывают шесть раз порциями по 10 см хлороформа, нагретого до 35 °С. Из собранного фильтрата отгоняют хлороформ (хлороформ можно использовать повторно для экстракции из водного раствора после стабилизации 2 смэтилового спирта на 100 см хлороформа), сухой остаток досушивают, дважды добавляя по 10 см ацетона и 10 см петролейного эфира, и взвешивают.

Операции, начиная с прибавления 10 см ацетона, повторяют до тех пор, пока разница между двумя последовательными взвешиваниями будет равна или будет менее 0,005 г.

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю свободных полиэтиленгликолей () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - масса навески пробы, г;

 - масса сухого остатка, полученная по п.3.3, г.

4.2. Массовую долю активного вещества () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - масса навески пробы, г;

 - масса сухого остатка, полученная по п.3.2, г.

4.3. За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,3% для полиэтиленгликолей и 1% для активного вещества.