



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

**ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫЕ  
ВЕЩЕСТВА (ПАВ)**

**МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВОБОДНЫХ ПОЛИЭТИЛЕНГЛИКОЛЕЙ  
И АКТИВНОГО ВЕЩЕСТВА В НЕИОНОГЕННЫХ ПАВ**

**ГОСТ 25163—82  
(СТ СЭВ 2342—80)**

**Издание официальное**

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ  
Москва**

**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. № 967

**ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫЕ ВЕЩЕСТВА (ПАВ)**  
**Метод определения свободных полиэтиленгликолей**  
**и активного вещества в неионогенных ПАВ**

**ГОСТ**  
**25163—82**

Surface-active substances. Method of determining of free polyethylene glycol and an active substance in nonionic surface-active substances

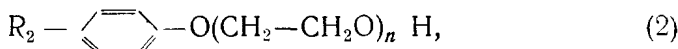
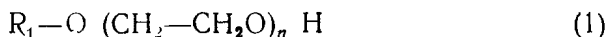
**(СТ СЭВ 2342—80)**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 9 марта 1982 г. № 967 срок действия установлен

с 01.07. 1982 г.  
до 01.07. 1989 г.

**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

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.



где  $R_1$  — алкильная группа с прямой или разветвленной цепью, содержащая от 10 до 18 атомов углерода;

$R_2$  — алкильная группа с прямой или разветвленной цепью, в основном нонил или третичный октил;

$n$  — 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 до-

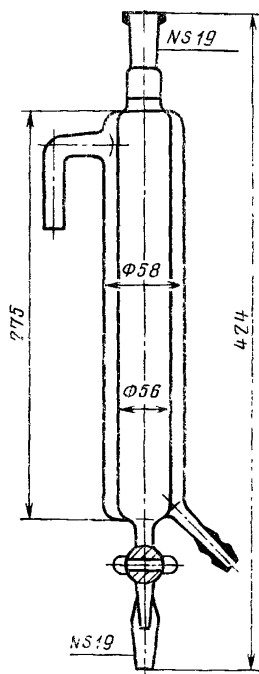
ли полиэтиленгликолей — экстракцией водного экстракта хлороформом и выпариванием хлороформного экстракта.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2342—80.

### 1. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Воронка делительная по ГОСТ 8613—75, вместимостью 250 и 500 см<sup>3</sup> или воронка делительная с рубашкой для термостатирования (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<sup>3</sup>.

Холодильник стеклянный лабораторный по ГОСТ 9499—70.

Стакан химический по ГОСТ 10394—72, вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Фильтр беззолный «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°C.

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<sup>3</sup> в 800 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и доводят объем до метки.

### 2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Все операции растворения и экстракции пробы проводят при температуре  $(35 \pm 1)^\circ\text{C}$ . Используемые аппаратура,

реактивы и растворы должны иметь температуру  $(35 \pm 1)^\circ\text{C}$ .

2.2. Экстракцию полиэтиленгликолей из водного раствора хлористого натрия хлороформом допускается проводить при температуре окружающей среды  $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ .

2.3. Для достижения необходимой температуры анализа работают в закрытой камере с температурой  $(35 \pm 1)^\circ\text{C}$  или применяют делительные воронки с рубашкой для термостатирования при  $(35 \pm 1)^\circ\text{C}$ .

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1.  $(5 \pm 0,05)$  г пробы взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в стакане в таком объеме этилацетата, чтобы общий объем раствора пробы составил  $75 \text{ см}^3$  и переносят в делительную воронку А вместимостью  $250 \text{ см}^3$ . В воронку прибавляют  $50 \text{ см}^3$  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  $250 \text{ см}^3$ . Экстракцию повторяют три раза, прибавляя каждый раз по  $50 \text{ см}^3$  водного раствора хлористого натрия, и водный экстракт собирают в воронку Б. Затем в воронку Б прибавляют  $25 \text{ см}^3$  этилацетата и экстрагируют, как указано выше, собирая водный экстракт (нижний слой) в воронку В вместимостью  $250 \text{ см}^3$ .

Затем в воронку В добавляют  $25 \text{ см}^3$  этилацетата и экстрагируют, как указано выше, собирая водный экстракт (нижний слой) в делительную воронку Г вместимостью  $500 \text{ см}^3$ , а органическую фазу (верхний слой) переносят в воронку Б, в которой также находится органическая фаза. Затем в воронку Б добавляют  $25 \text{ см}^3$  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  $10 \text{ см}^3$  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 вещество.

3.2. Содержимое воронки А переносят в перегонную колбу 1 вместимостью  $250 \text{ см}^3$  с шлифованной 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  $25 \text{ см}^3$  и переносят промывную жидкость в перегонную колбу 1. Из содержимого перегонной колбы отгоняют этилацетат, после чего к сухому остатку добавляют  $75 \text{ см}^3$  этилацетата, подогретого до  $45^\circ\text{C}$ , растворяют сухой остаток и сразу фильтруют через фильтровальную бумагу в перегонную колбу 2 вместимостью  $250 \text{ см}^3$ , предварительно взвешенную с погрешностью не более 0,001 г.

Перегонную колбу 1 и фильтр 1 промывают шесть раз порциями этилацетата по 10 см<sup>3</sup>, нагретого до 35°C. 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<sup>3</sup> ацетона и снова выпаривают досуха. Выпаривание с добавлением 10 см<sup>3</sup> ацетона повторяют еще раз, а затем к сухому остатку добавляют 10 см<sup>3</sup> петролейного эфира и выпаривают досуха. Перегонную колбу 2 закрывают и ставят в сушильный шкаф, нагретый до (100±5)°C на 10 мин, продувают струей воздуха и взвешивают с погрешностью не более 0,001 г.

Операции, начиная с прибавления 10 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> хлороформа, встряхивают в течение 1 мин и выдерживают не менее 15 мин. Затем переносят хлороформный слой в перегонную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>. Экстракцию повторяют два раза, используя каждый раз 100 см<sup>3</sup> хлороформа.

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

Операции, начиная с прибавления 10 см<sup>3</sup> 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 ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100,$$

где  $m$  — масса навески пробы, г;

$m_1$  — масса сухого остатка, полученная по п. 3.3, г.

4.2. Массовую долю активного вещества ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_2}{m} \cdot 100,$$

где  $m$  — масса навески пробы, г;

$m_2$  — 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.

---

Редактор *А. С. Пшеничная*  
Технический редактор *В. Н. Малькова*  
Корректор *Е. И. Морозова*

Сдано в наб. 08.04.82 Подп. к печ. 03.05.82 0,5 п. л. 0,29 уч.-изд. л. Тир. 12000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3  
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 439