
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
32439—
2013

ТОВАРЫ БЫТОВОЙ ХИМИИ

Метод определения щелочных компонентов

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2019

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Обществом с ограниченной ответственностью «Научно-исследовательский институт бытовой химии «Росса» (ООО «Росса НИИБХ»), Техническим комитетом по стандартизации ТК 354 «Бытовая химия»

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 527 «Химия»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2013 г. № 44)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономки Республики Армения
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1908-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32439—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 51019—97*

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

* Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1908-ст национальный стандарт ГОСТ Р 51019—97 отменен с 1 января 2015 г.

© Стандартиформ, оформление, 2016, 2019



В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

ТОВАРЫ БЫТОВОЙ ХИМИИ**Метод определения щелочных компонентов**

Goods of household chemistry.
Method for determination of alkaline components

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на товары бытовой химии (далее — средства) в виде жидкостей, в том числе загущенных, суспензий, паст, порошков и устанавливает метод количественного определения щелочных компонентов в пересчете на оксид натрия (Na_2O) или на гидроксид натрия (NaOH) в диапазоне измерений массовой доли от 1,0 % до 15,0 % или массовой концентрации от 8 до 200 г/дм³.

Сущность метода заключается в титровании щелочных компонентов (карбонатов, силикатов, гидроокисей натрия и др.) раствором кислоты в присутствии индикатора.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ OIML R 111-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Гири классов точности E_1 , E_2 , F_1 , F_2 , M_1 , M_{1-2} , M_2 , M_{2-3} и M_3 . Часть 1. Метрологические и технические требования

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 6709¹⁾ Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10929 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 18300²⁾ Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 24104³⁾ Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.1 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 27025 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

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

1) В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

2) В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013.

3) В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2018.

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие указания

3.1 Общие указания по проведению измерений — по ГОСТ 27025.

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

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Весы лабораторные высокого (II) класса точности с ценой деления 0,1 мг и наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104 или

весы с неавтоматическим установлением показаний высокого (II) класса точности с действительной ценой деления 0,05 мг и максимальной нагрузкой 200 г.

Набор гирь (1—100 г) F1 по ГОСТ OIML R 111-1.

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерений температуры от 0 °С до 100 °С и с ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Пипетки 2-2-2, 2-2-10, 2-2-20, 2-2-50 по ГОСТ 29169.

Бюретка 1-3-2-50-0,1 по ГОСТ 29251.

Колба 1-250-2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336.

Воронка В-56-80 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 3-100-2 по ГОСТ 1770.

Стакан Н-1-250 по ГОСТ 25336.

Стаканчик СВ-24/10 по ГОСТ 25336.

Ступка 5 с пестиком 3 по ГОСТ 9147.

Часы.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, нейтрализованный раствором гидроксида натрия молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³ по индикатору метиловому красному.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор молярной концентрации $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), приготовленный по ГОСТ 25794.1 или

кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), приготовленный по ГОСТ 25794.1.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), приготовленный по ГОСТ 25794.1.

Метиловый красный (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1.

Фенолфталеин (индикатор) массовой концентрации 10 г/дм³ в 70 %-ном растворе спирта или спиртовой раствор с массовой долей 1 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1.

Бромфеноловый синий (индикатор), водный раствор с массовой долей 0,2 %.

Фильтр обеззоленный «синяя лента».

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

5 Подготовка к выполнению измерений

5.1 Отбор пробы

Отбор пробы — по технической документации на испытуемое средство.

Необходимую для анализа часть представительной пробы отделяют:

- для жидкостей, в том числе загущенных, суспензий и паст — после перемешивания;
- для порошков — после перемешивания, квартования и растирания в ступке до исчезновения гранул и комочков.

Для средств, не содержащих гипохлорит натрия, масса навески пробы, аликвота раствора пробы и применяемый индикатор в зависимости от вида средства и способа подготовки пробы указаны в таблице 1.

Для средств, содержащих гипохлорит натрия, масса навески пробы при измерении массовой доли щелочных компонентов в пересчете на NaOH или объем пробы средства при измерении массовой концентрации щелочных компонентов в пересчете на NaOH, аликвота раствора пробы в зависимости от массовой концентрации NaOH указаны в таблице 2.

Т а б л и ц а 1 — Средства, не содержащие гипохлорит натрия

Вид средства	Номер пункта способа подготовки пробы средства	Масса навески пробы, г	Аликвота раствора пробы, см ³	Применяемый индикатор
Жидкие, загущенные средства, безабразивные порошки и суспензии	По 5.2.1 настоящего стандарта	0,2—1,0	Без аликвоты	Фенолфталеин
Абразивные порошки, пасты и суспензии	По 5.2.1 настоящего стандарта	0,5—1,0	Без аликвоты	Бромфеноловый синий
Абразивные порошки, пасты и суспензии	По 5.2.2 или 5.2.3 настоящего стандарта	1,0—5,0	50	Бромфеноловый синий

Т а б л и ц а 2 — Средства, содержащие гипохлорит натрия

Номер пункта способа подготовки пробы средства	Массовая доля NaOH, %	Масса навески пробы, г	Массовая концентрация NaOH, г/дм ³	Объем пробы средства, см ³	Аликвота раствора пробы V ₁ , см ³	Применяемый индикатор
5.2.4	От 1,0 до 4,0	2,0 — 3,0	—	—	—	Метиловый красный
5.2.5	—	—	От 8 до 40 включ. Св. 40 » 100 » » 100 » 200 »	10 10 10	50 20 10	Метиловый красный

Навеску порошков, паст, суспензий, загущенных жидкостей взвешивают в стаканчике. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Жидкие средства отбирают пипеткой.

5.2 Подготовка пробы

5.2.1 Жидкие, в том числе загущенные, средства, безабразивные порошки, абразивные порошки, пасты и суспензии без отделения абразива

Навеску средства из стаканчика количественно переносят в коническую колбу с помощью 70—80 см³ дистиллированной воды, отмеренной цилиндром, и перемешивают.

Допускается навеску средства взвешивать в конической колбе с пробкой. Туда же добавляют цилиндром 70—80 см³ дистиллированной воды и перемешивают.

При необходимости используют дистиллированную воду, нагретую до 60 °С—70 °С, содержимое колбы тщательно перемешивают и охлаждают до комнатной температуры.

5.2.2 Абразивные порошки, пасты и суспензии с отделением абразива фильтрованием

Навеску средства из стаканчика количественно переносят в стакан с помощью 70—80 см³ дистиллированной воды, нагретой до 60 °С—70 °С, тщательно перемешивают и дают отстояться.

Раствор фильтруют методом декантации в мерную колбу через обеззоленный фильтр, неоднократно промывая осадок дистиллированной водой до объема фильтрата 120—150 см³. Пипеткой 2-2-50 переносят в коническую колбу 50 см³ полученного раствора.

5.2.3 Абразивные порошки, пасты и суспензии с отделением абразива отстаиванием

Навеску средства из стаканчика количественно переносят в мерную колбу дистиллированной водой, доводят объем раствора водой до метки, тщательно перемешивают и дают отстояться 15—20 мин. Пипеткой 2-2-50 переносят в коническую колбу 50 см³ отстоявшегося раствора.

5.2.4 Жидкие, в том числе загущенные, средства, содержащие гипохлорит натрия при измерении массовой доли щелочных компонентов

Навеску пробы средства взвешивают в конической колбе, туда же пипеткой 2-2-2 прибавляют 2 см³ предварительно нейтрализованного пероксида водорода, тщательно перемешивают, добавляют цилиндром 50 см³ дистиллированной воды и снова тщательно перемешивают.

5.2.5 Жидкие средства, содержащие гипохлорит натрия при измерении массовой концентрации щелочных компонентов

10 см³ пробы средства пипеткой 2-2-10 помещают в мерную колбу, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Пипетками 2-2-50, 2-2-20 или 2-2-10 берут аликвоту V_1 полученного раствора пробы в соответствии с таблицей 2 и переносят в коническую колбу, пипеткой 2-2-2 прибавляют 2 см³ предварительно нейтрализованного пероксида водорода, тщательно перемешивают, добавляют дистиллированную воду до объема 50—60 см³ и снова перемешивают.

6 Выполнение измерений

В колбу с пробой средства, подготовленной по 5.2, добавляют раствор индикатора в соответствии с таблицей 1 или 2 и титруют раствором соляной или серной кислоты до исчезновения:

- сине-фиолетового окрашивания — при титровании с индикатором бромфеноловым синим;
- малинового окрашивания — при титровании с индикатором фенолфталеином;
- до появления розовой окраски — при титровании с индикатором метиловым красным.

Проводят второе определение, используя новую навеску анализируемого средства.

7 Обработка результатов измерений

7.1 Массовую долю щелочных компонентов в пересчете на оксид натрия (Na_2O) X , %, вычисляют по формулам:

- при подготовке пробы средства по 5.2.1 или 5.2.4

$$X = \frac{V \cdot 0,0031}{m} \cdot 100; \quad (1)$$

- при подготовке пробы средства по 5.2.2 или 5.2.3

$$X = \frac{V \cdot 0,0031 \cdot 250}{m \cdot 50} \cdot 100, \quad (2)$$

где V — объем раствора серной или соляной кислоты молярной концентрации точно $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ моль/дм³ или $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,0031 — масса Na_2O в граммах, соответствующая 1 см³ раствора серной или соляной кислоты молярной концентрации точно $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ моль/дм³ или $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³, г/см³;

m — масса навески средства, г;

250 — объем раствора пробы, подготовленной по 5.2 (емкость мерной колбы), см³;

50 — аликвота раствора пробы, подготовленной по 5.2.2 или 5.2.3, см³.

7.2 Массовую долю щелочных компонентов в пересчете на гидроксид натрия (NaOH) при подготовке пробы по 5.2.1 или 5.2.4 X_1 , %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,0040}{m} \cdot 100, \quad (3)$$

где V — объем раствора серной или соляной кислоты молярной концентрации точно $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ моль/дм³ или $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;
 0,0040 — масса NaOH в граммах, соответствующая 1 см³ раствора серной или соляной кислоты молярной концентрации точно $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ моль/дм³ или $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³, г/см³;
 m — масса навески средства, г.

7.3 Массовую концентрацию щелочных компонентов в пересчете на гидроксид натрия (NaOH) при подготовке пробы средства по 5.2.5 X_2 , г/дм³, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V \cdot 0,0040 \cdot 250 \cdot 1000}{10 V_1}, \quad (4)$$

где V — объем раствора серной или соляной кислоты молярной концентрации точно $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ моль/дм³ или $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;
 0,0040 — масса NaOH в граммах, соответствующая 1 см³ раствора серной или соляной кислоты молярной концентрации точно $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ моль/дм³ или $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³, г/см³;
 250 — объем раствора пробы, подготовленной по 5.2.5 (емкость мерной колбы), см³;
 1000 — коэффициент пересчета г/см³ в г/дм³;
 10 — объем пробы средства, взятой для проведения анализа, см³;
 V_1 — аликвота раствора пробы, подготовленной по 5.2.5, см³.

Проводят оперативный контроль повторяемости (сходимости) при каждом измерении путем сравнения расхождения между результатами определений с допускаемым расхождением, указанным в таблице 3. Если полученное значение превышает допускаемое расхождение, проводят третье определение. Если после этого расхождение между наибольшим и наименьшим результатами определений превышает допускаемое расхождение, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

За результат измерения принимают среднеарифметическое значение результатов двух определений, полученных в условиях повторяемости (сходимости), значение расхождения между которыми при доверительной вероятности 0,95 не превышает значений, указанных в таблице 3.

Таблица 3

Массовая доля щелочных компонентов в пересчете на Na ₂ O или NaOH, %	Массовая концентрация щелочных компонентов в пересчете на NaOH, г/дм ³	Границы интервала погрешности измерения	Допускаемое значение расхождения между результатами двух определений, полученных в условиях повторяемости (сходимости)
От 1,0 до 15,0 включ.	—	±0,2 % абс.	0,3 % абс.
—	От 8 до 15 включ. Св. 15 » 75 » » 75 » 200 »	±0,3 г/дм ³ ±0,8 г/дм ³ ±2,0 г/дм ³	0,6 г/дм ³ 1,6 г/дм ³ 3,0 г/дм ³

Результаты измерения округляют до первого десятичного знака.

8 Метрологические характеристики

Границы интервала, в котором погрешность измерения находится с вероятностью 0,95, приведены в таблице 3.

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.А. Ворониной*

Сдано в набор 29.03.2019. Подписано в печать 09.04.2019. Формат 60×84¹/₈. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта