
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
33091—
2014

ТОВАРЫ БЫТОВОЙ ХИМИИ

Методы определения массовой доли кислот

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2015

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

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

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 354 «Бытовая химия»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2014 г. № 72-П)

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	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Туркменистан	TM	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 мая 2015 г. № 513-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33091—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 марта 2016 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети «Интернет»

© Стандартиформ, 2015

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

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Общие указания	2
4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы	2
5 Подготовка к выполнению измерений	3
6 Выполнение измерений	6
7 Обработка результатов измерений	6
8 Метрологические характеристики	7

ТОВАРЫ БЫТОВОЙ ХИМИИ**Методы определения массовой доли кислот**

Goods of household chemistry. Methods for determination of acids mass fraction

Дата введения — 2016—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на товары бытовой химии (далее — средства), предназначенные для чистки унитазов, в состав которых входит известная кислота или смесь известных кислот, в виде жидкостей, в том числе загущенных, порошков и устанавливает методы количественного определения кислот(ы) (или общей кислотности) в диапазоне массовой доли от 1,0 % до 21,0 %.

Методы определения основаны на:

- реакции нейтрализации кислых растворов средств раствором гидроксида натрия;
- окислительно-восстановительном титровании щавелевой кислоты марганцовокислым калием в сернокислой среде.

Определение проводят для средств, имеющих показатель активности водородных ионов водного раствора средства с массовой долей 1 % не более 3,5 единиц pH.

Настоящий стандарт не предназначен для селективного определения каждой кислоты в смеси кислот.

Метод окислительно-восстановительного титрования не применим для определения массовой доли щавелевой кислоты в присутствии гидроксикислот (например, лимонной, молочной).

Количественному определению массовой доли кислот может мешать присутствие в средстве других компонентов. Возможные методы их устранения должны быть указаны в технической документации на средство.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ OIML R 111-1—2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Гири классов E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₁₋₂, M₂, M₂₋₃ и M₃. Часть 1. Метрологические и технические требования

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

- ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 10678—76 Кислота ортофосфорная термическая. Технические условия
ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
ГОСТ 20490—75 Реактивы. Калий марганцовокислый. 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 25794.2—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования
ГОСТ 27025—86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний
ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний
ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

П р и м е ч а н и е — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт 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 испытаний — 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 с неавтоматическим установлением показаний высокого (II) класса точности с действительной ценой деления 0,05 мг и максимальной нагрузкой 200 г по ГОСТ OIML R 76-1.
Набор гирь (1 г—100 г) F_1 по ГОСТ OIML R 111-1.
Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерений температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.
Пипетки 2-2-10, 2-2-25, 2-2-50, 2-2-100 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.
Цилиндры 3-25-2, 3-100-2 по ГОСТ 1770.
Стакан Н-1-250 ТХС по ГОСТ 25336.
Стаканчик СВ-24/10 по ГОСТ 25336.
Ступка 5 с пестиком 3 по ГОСТ 9147.
Секундомер.
Электроплитка по ГОСТ 14919.
Иономер, обеспечивающий измерение показателя активности водородных ионов от 0 до 12 рН с пределами допускаемой основной погрешности $\pm 0,05$ рН, с ценой деления шкалы не более 0,05 рН.
Электрод стеклянный ЭСЛ-43-07 или ЭСЛ-63-07, или ЭС 10601.

Электрод вспомогательный лабораторный ЭВЛ-1МЗ или ЭСр-10101.

Мешалка магнитная.

Индикатор смешанный (смесь равных объемов спиртовых растворов метилового красного и метиленового голубого), приготовленный по ГОСТ 4919.1.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор молярной концентрации $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н), приготовленный по ГОСТ 25794.2.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная в объемном отношении кислота — вода 1 : 4.

Натрия гидроокись (гидроксид) по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (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), раствор массовой концентрации 10 г/дм³ в 70 %-ном растворе спирта или спиртовой раствор с массовой долей 1 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1.

Бромкрезоловый зеленый, 0,2 %-ный раствор, приготовленный по ГОСТ 10678.

Фильтр обеззоленный «синяя лента».

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 — после перемешивания;

- для порошков — после перемешивания, квартования и растирания в ступке до исчезновения гранул и комочков.

Для определения массовой доли одной кислоты масса навески средства, аликвота раствора пробы (при разведении), применяемые индикатор и титрант, способ подготовки пробы указаны в таблице 1.

Для определения массовой доли смеси кислот или общей кислотности методом нейтрализации масса навески средства, аликвота раствора пробы (при разведении), применяемый индикатор и способ подготовки пробы указаны в таблице 2.

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

При титровании на рН-метре навеску средства взвешивают в стакане Н-1-250.

5.2 Подготовка пробы

5.2.1 Подготовка пробы без разведения

Навеску средства из стаканчика количественно переносят в коническую колбу 50—60 см³ дистиллированной воды, отмеренной цилиндром, и перемешивают.

Допускается навеску средства взвешивать в конической колбе, добавляя затем необходимое количество дистиллированной воды.

5.2.2 Подготовка пробы с разведением

Навеску средства из стаканчика количественно переносят в мерную колбу 1-250-2 дистиллированной водой, нагретой до 50 °С—60 °С, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Растворы абразивных средств отстаивают в течение 15—20 мин или отфильтровывают до объема фильтра 120—150 см³.

Пипеткой берут аликвоту (V_1) полученного раствора пробы в соответствии с таблицей 1 или 2 и переносят в коническую колбу.

5.2.3 Подготовка пробы для титрования на рН-метре

К навеске средства в стакане добавляют 100—150 см³ воды и тщательно перемешивают.

Т а б л и ц а 1 — Условия проведения титрования средств, содержащих одну кислоту

Наименование кислоты, формула	Молярная масса эквивалента, г/моль	Титрант молярной концентрации 0,1 моль/дм ³	Массовая доля кислоты в средстве, %	Способ подготовки пробы средства	Масса навески средства, г	Аликвота раствора пробы (V), см ³	Применяемый индикатор
1 Хлористоводородная (соляная) HCl	36,46	NaOH	3—7	Без разведения	2,0—1,0	Без аликвоты	Смешанный индикатор или метиловый красный
			7—15	С разведением	2,5—2,0	50	
2 Ортофосфорная H ₃ PO ₄	98,00	NaOH	3—21	Без разведения	3,0—0,5	Без аликвоты	Без индикатора, титрование на pH-метре до 4,6 pH*
			3—10	Без разведения	3,0—1,0	Без аликвоты	
3 Сульфаминовая (ами- досульфоновая, амидосер- ная) HNH ₂ SO ₃	97,10	NaOH	2—5	Без разведения	3,0—2,5	Без аликвоты	Смешанный индикатор или метиловый красный, или фенолфталеин
			5—21	Без разведения	1,5-0,5	Без аликвоты	
4 Лимонная моногидрат C ₆ H ₈ O ₇ · H ₂ O	70,05	NaOH	1—3	С разведением	5,5—5,0	100	Без индикатора
			3—9	С разведением	4,5—3,0	50 или 100	
5 Щавелевая 2-водная H ₂ C ₂ O ₄ · 2H ₂ O	63,03	KMnO ₄	10—15	С разведением	4,5—5,0	25	Без индикатора
			10—15	С разведением	4,5—5,0	25	

* Допускается применять индикатор бромкрезоловый зеленый, приготовленный по ГОСТ 10678, при отсутствии мешающего влияния красителей, содержащихся в рецептуре.

Таблица 2 — Условия проведения титрования средства, содержащих смесь кислот, определяемых методом нейтрализации

Наименование кислот	Наименование кислоты, на которую производят расчет	Массовая доля условно рассчитанной кислоты в средстве, %	Масса навески средства, г	Способ подготовки пробы средства	Аликвота раствора пробы (V_1) , см ³	Применяемый индикатор
1 Щавелевая и сульфаминовая	Сульфаминовая кислота	8—18	5,0—4,0	С разведением	50	Фенолфталеин
2 Щавелевая и ортофосфорная	Ортофосфорная кислота	10—18	5,0—3,0	С разведением	50	Смешанный индикатор
3 Щавелевая и лимонная	Лимонная кислота	5—10	1,5—1,0	Без разведения	Без аликвоты	Фенолфталеин
4 Ортофосфорная и сульфаминовая	Ортофосфорная кислота	3—8	3,0—2,0	Без разведения	Без аликвоты	Смешанный индикатор
		8—20	5,0—3,0	С разведением	50	
5 Лимонная и молочная	Лимонная кислота	5—10	1,5—1,0	Без разведения	Без аликвоты	Фенолфталеин
6 Сульфаминовая и лимонная	Сульфаминовая кислота	5—15	1,2—0,8	Без разведения	Без аликвоты	Фенолфталеин

Примечания

1 При массовом отношении кислот (1 : 1) массовую долю условно рассчитывают на кислоту с большей молярной массой эквивалента. В других случаях расчет ведут на ту кислоту, массовая доля которой в смеси кислот больше.

2 Допускается использование других индикаторов, указанных в технической документации на испытуемое средство.

6 Выполнение измерений

6.1 Титрование методом нейтрализации

В колбу с пробой средства, подготовленной по 5.2.1 или 5.2.2 настоящего стандарта, добавляют раствор индикатора в соответствии с таблицей 1 или 2 и титруют раствором гидроксида натрия до изменения окраски раствора:

- от фиолетово-красной до зеленой со смешанным индикатором;
- от красной до желтой с индикатором метиловым красным;
- до розовой, исчезающей в течение 30 с, с индикатором фенолфталеином;
- до зелено-голубой с индикатором бромкрезоловым зеленым.

6.1.1 Титрование ортофосфорной кислоты

Стакан с пробой средства, подготовленной по 5.2.3, устанавливают на магнитную мешалку, помещают в него магнитную вертушку и опускают электроды иономера. Титруют раствором гидроксида натрия до 4,6 pH. В конце титрование ведут медленно, тщательно перемешивая содержимое стакана.

Допускается проводить титрование ортофосфорной кислоты с индикатором бромкрезоловым зеленым.

6.1.2 Проводят второе определение, используя новую навеску анализируемого средства.

6.2 Окислительно-восстановительное титрование щавелевой кислоты

В коническую колбу с пробой средства, подготовленной по 5.2.2, приливают отмеренные цилиндром 10 см³ раствора серной кислоты, раствор нагревают до 75—80 °С и в горячем состоянии содержимое колбы титруют раствором марганцовокислого калия до появления розового окрашивания, не исчезающего в течение 15 с.

Проводят второе определение, используя новую навеску анализируемого средства.

7 Обработка результатов измерений

7.1 Массовую долю кислот(ы), определяемых методом нейтрализации, (или общую кислотность) X , %, вычисляют по формулам

- при подготовке пробы средства по 5.2.1 (без разведения)

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

- при подготовке пробы средства по 5.2.2 (с разведением)

$$X = \frac{V \cdot T \cdot 250}{m \cdot V_1} \cdot 100, \quad (2)$$

где V — объем раствора гидроксида натрия молярной концентрации точно $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески средства, г;

250 — вместимость мерной колбы, см³;

V_1 — аликвота раствора пробы, подготовленной по 5.2.2, см³;

T — масса кислоты в граммах, соответствующая 1 см³ раствора гидроксида натрия молярной концентрации точно $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³, г/см³:

- 0,00355 — хлористоводородной,

- 0,0098 — ортофосфорной,

- 0,0097 — сульфаминовой,

- 0,0070 — лимонной моногидрата.

7.2 Массовую долю щавелевой кислоты, определяемой методом окислительно-восстановительного титрования, X_1 , %, вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{V \cdot T \cdot 250}{m \cdot V_1} \cdot 100, \quad (3)$$

где V — объем раствора марганцовокислого калия молярной концентрации точно $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1$ моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

- m — масса навески средства, г;
 250 — вместимость мерной колбы, см³;
 V_1 — аликвота раствора пробы, подготовленной по 5.2.2, см³;
 T — масса щавелевой кислоты в граммах, соответствующая 1 см³ раствора марганцовокислого калия молярной концентрации точно $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1$ моль/дм³, г/см³:
 - 0,0063 — щавелевой 2-водной,
 - 0,0045 — щавелевой безводной.

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

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

Таблица 3

Массовая доля кислоты (или общая кислотность), %	Границы интервала погрешности измерения	Допускаемое значение расхождения между результатами двух определений, полученных в условиях повторяемости (сходимости)
От 1,0 до 7,0 включ.	± 0,2 % абс.	0,3 % абс.
Св. 7,0 » 21,0 »	± 0,4 % абс.	0,4 % абс.

Результаты измерения в процентах округляют до первого десятичного знака.

8 Метрологические характеристики

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

Редактор *Т.В. Котова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 01.07.2015. Подписано в печать 10.08.2015. Формат 60×84¹/₈. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40.
Уч.-изд. л. 0,90. Тираж 40 экз. Зак. 2665.