



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

Речовини поверхнево-активні
та засоби мийні

**ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ ВОДИ
МЕТОДОМ КАРЛА ФІШЕРА**

(ISO 4317:1991, IDT)

ДСТУ ISO 4317:2006

Видання офіційне

БЗ № 6—2006/384

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2008

ПЕРЕДМОВА

1 ВНЕСЕНО: ТОВ «Науково-технічний центр «ВНДІХІМПРОЕКТ»

ПЕРЕКЛАД І НАУКОВО-ТЕХНІЧНЕ РЕДАГУВАННЯ: Л. Жуковська; Е. Кривошеєв; Т. Ліщук;
Л. Маковецька, канд. хім. наук; В. Миголь; Т. Рубцова (науковий керівник)

2 НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Держспоживстандарту України від 29 червня 2006 р. № 180
з 2007–10–01

3 Національний стандарт відповідає ISO 4317:1991 Surface-active agents and detergents —
Determination of water content — Karl Fischer method (Поверхнево-активні речовини та засоби
мийні. Визначання масової частки води методом Карла Фішера)

Ступінь відповідності — ідентичний (IDT)

Переклад з англійської (en)

4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

Право власності на цей документ належить державі.
Відтворювати, тиражувати і розповсюджувати його повністю чи частково
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.
Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Держспоживстандарту України

Держспоживстандарт України, 2006

ЗМІСТ

	С.
Національний вступ	IV
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Терміни та визначення понять	2
4 Принцип	2
5 Реактиви	2
6 Устаткування	2
7 Відбирання проби	3
8 Випробування	3
9 Опрацювання результатів	4
10 Точність	4
11 Звіт про випробування	4
Додаток А Готування реактиву Карла Фішера, що містить піридин	5
Додаток В Стисле викладання кулонометричного методу	5

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

РЕЧОВИНИ ПОВЕРХНЕВО-АКТИВНІ ТА ЗАСОБИ МИЙНІ
ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ ВОДИ
МЕТОДОМ КАРЛА ФІШЕРА

ВЕЩЕСТВА ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫЕ И СРЕДСТВА МОЮЩИЕ
ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ВОДЫ
МЕТОДОМ КАРЛА ФИШЕРА

SURFACE-ACTIVE AGENTS AND DETERGENTS
DETERMINATION OF WATER CONTENT
KARL FISCHER METHOD

Чинний від 2007-10-01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт установлює метод визначення масової частки води у поверхнево-активних речовинах і мийних засобах з використанням реактиву Карла Фішера.

Метод застосовують до продуктів у формі порошків, паст і рідин. За масової частки води менше ніж 1 % це єдиний метод, який використовують.

Метод застосовують тільки, якщо на це вказано у конкретному стандарті на кожний продукт.

Оскільки лужні компоненти взаємодіють з реактивом Карла Фішера, метод дає завищене значення величини у разі, якщо зразки містять силікати лужних металів, карбонати, гідроксиди чи борати. Тому зразки потрібно аналізувати на наявність таких солей лужних металів до визначення вмісту води.

Примітка 1. Стиле викладання кулонометричного методу подано в інформаційному додатку В.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

Наступні стандарти містять умови, які, у разі посилання на цей текст, становлять умови цього стандарту. На час публікації зазначені видання були чинними. Усі стандарти є предметом виправлень, і учасники угод, які ґрунтуються на цьому стандарті, заохочуються досліджувати можливість застосування пізніших видань стандартів, наведених нижче. Члени IEC і ISO ведуть перелік чинних на цей час міжнародних стандартів.

ISO 607:1980 Surface-active agents and detergents — Methods of sample division

ISO 760:1978 Determination of water — Karl Fischer method (General method)

ISO 3696:1987 Water for analytical laboratory use — Specification and test methods.

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

ISO 607:1980 Речовини поверхнево-активні і засоби мийні. Методи поділу проби (впроваджено в Україні як ДСТУ 2207.0-93 (ГОСТ 30024-93) (ISO 607:1980) Речовини поверхнево-активні і засоби миючі синтетичні. Методи поділу проби)

ISO 760:1978 Визначення води. Метод Карла Фішера (основний метод)

ISO 3696:1987 Вода для використання в аналітичних лабораторіях. Характеристики та методи випробування (впроваджено в Україні як ДСТУ ISO 3696-2003 Вода для застосування в лабораторіях. Вимоги та методи перевіряння).

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

У цьому стандарті використовують такий термін та його визначення.

3.1 Масова частка води (water content) — кількість вільної води, кристалізаційної, абсорбційної чи оклюдованої води, виражена у відсотках за масою, яку розраховують від кількості реактиву Карла Фішера, що його використовують згідно з цим стандартом.

4 ПРИНЦИП

Вода, наявна у випробувальному зразку, взаємодіє з розчином йоду і діоксидом сірки у відповідній суміші (реактив Карла Фішера), попередньо стандартизований титруванням з точно відомою масою води. Масову частку води розраховують як відсоток від кількості реактиву, який використовували.

5 РЕАКТИВИ

Під час аналізування використовують тільки аналітично визнані реактиви і тільки здистильовану воду класу 2 (див. 5.1).

5.1 Вода здистильована або вода еквівалентної чистоти, яка відповідає вимогам ISO 3696 для класу 2.

5.2 Метанол безводний.

5.3 Реактив Карла Фішера, переважно промислового виробництва.

Примітка 2. Реактив, що містить піридин, готують згідно з списком в інформаційному додатку А.

Реактив, що не містить піридину, можна використовувати (вводити у випробувальну пробу), якщо він є придатним реактивом.

Примітка 3. Придатним реактивом, що не містить піридину, є реактив промислового виробництва, що містить йод, діоксид сірки й азійні, розчинений у 2-метоксіетанолі.

5.4 Динатрієва сіль винної кислоти дигідрат (тарtrat) або **дигідрат щавлевої кислоти**, який використовують як первинний еталон для реактиву Карла Фішера, чи **вода** (див. 5.1).

5.5 Розчинник, наприклад 2-метоксіетанол, пропанол чи метанол.

Якщо відомо, що ці розчинники перешкоджають визначанню, наприклад визначанню води в альдегідах чи кетонах, трихлорметан чи дихлорметан можна використовувати (якщо так, це потрібно відтворювати у звіті про випробування).

ЗАСТОРОГА! Трихлорметан і дихлорметан є шкідливими у разі вдихання і потрапляння всередину, викликають подразнення шкіри, з ризиком необоротних наслідків і небезпеки серйозного uszkodження здоров'ю у випадку тривалого експонування.

6 УСТАТКОВАННЯ

Звичайне лабораторне устаткування та спеціальне:

6.1 Прилад Карла Фішера, цілком автоматичний чи напівавтоматичний, що складається з:

— титратора з подвійним платиновим електродом;

— бюретки місткістю 20 см³;

— поглинальних трубок, що містять активований силікагель, хлористий кальцій чи перхлорат магнію;

— посудини для титрування;

— магнітної мішалки.

6.2 Шприц мікрометричний, місткість 100 мкдм³.

6.3 Піпетка градуйована, місткість 20 см³.

6.4 Шприц, номінальна місткість приблизно 10 см³, зі скляною трубкою з внутрішнім діаметром від 2 мм до 4 мм та голкою багаторазового використання, приєднаною до шприца додатними засобами.

6.5 Мірна колба з однією позначкою, місткість 100 см³.

7 ВІДБИРАННЯ ПРОБИ

Лабораторну пробу поверхнево-активної речовини або мийного засобу треба готувати і зберігати згідно з ISO 607.

8 ВИПРОБОВУВАННЯ

Атмосферна вологість — найбільший чинник впливу на процес титрування реактивом Карла Фішера. Особливу увагу треба приділяти повному зневодненню приладу, що його використовують, і швидкому готуванню випробувальної проби і розчинників. Для методу з використанням приладу Карла Фішера потрібно дотримуватися інструкції виробника та ISO 760.

8.1 Визначення водного еквівалента реактиву Карла Фішера (див. 5.3)

Визначати водний еквівалент реактиву потрібно у кожній новій посудині реактиву і потім принаймні щотижня.

Треба перевірити титр реактиву Карла Фішера, оскільки титр стандартних розчинів схильний до змін. Від типу приладу, що його використовують, і бажаної аналітичної точності залежить частота таких перевірок титру.

Розміщують магнітну мішалку в посудину для титрування приладу Карла Фішера (див. 6.1), використовуючи пінцет, і додають 10 см³ одного з розчинників (див. 5.5), які використовують для визначення, у посудину для титрування і титрують реактивом Карла Фішера (див. 5.3).

У випадках, де це абсолютно необхідно, наприклад у процесі визначення наявності води в альдегідах чи кетонах, використовують хлороформ чи дихлорметан (див. 5.5) як розчинник.

Також:

У стаканчик для зважування зважують від 200 мг до 250 мг тартрату або дигідрату щавлевої кислоти (див. 5.4) з точністю до 0,1 мг. Переносять тартрат або щавлеву кислоту в посудину для титрування і повторно зважують стаканчик для зважування. Обережно перемішуючи, розчиняють тартрат або щавлеву кислоту в розчиннику.

Або:

Поміщують приблизно 40 мг води (див. 5.1) із крапельниці, зважуючи її до і після додавання води, у посудину для титрування.

Кількість розчинника, що його використовують, повинна бути такою, щоб занурити електрод на 2 мм — 3 мм.

Додають реактив Карла Фішера до досягнення точки електрометричної рівноваги (тобто, коли після додавання по краплях реактиву Карла Фішера заміряне значення залишається постійним протягом 30 с).

Водний еквівалент ρ (H₂O), у міліграмах води на кубічний сантиметр, виражають одним із таких рівнянь:

$$\rho(\text{H}_2\text{O}) = \frac{m_1 \cdot w(\text{H}_2\text{O})}{100V_1}$$

або

$$\rho(\text{H}_2\text{O}) = \frac{m_2}{V_1}$$

де m_1 — маса тартрату або дигідрату щавлевої кислоти (див. 5.4), який використовували, мг;

m_2 — маса води (див. 5.1), яку використовували, мг;

$w(\text{H}_2\text{O})$ — масова частка води у первинному еталоні (див. 5.4), який використовували, тобто 15,66 для тартрату або 28,57 для дигідрату щавлевої кислоти, %;

V_1 — об'єм реактиву Карла Фішера (див. 5.3), який використовували для титрування, см³.

8.2 Випробувальний зразок

Якщо масова частка води у зразку становить менше ніж 1 %, зважують від 5 г до 10 г (що містить від 10 мг до 50 мг води) лабораторної проби (див. пункт 7), зваженої з точністю до 1 мг.

Якщо масова частка води у зразку становить більше ніж 1 %, випробувальну пробу готують у такий спосіб.

Зважують від 1 г до 5 г лабораторного зразка з точністю до 1 мг і поміщають у мірну колбу місткістю 100 см³ (див. 8.5). Додавають безводний метанол (див. 5.2) і доводять до позначки. Наявну у зразку воду вилучають енергійним струшуванням. Після відстоювання розчину нерозчинні солі осідають на дно.

За допомогою градуйованої піпетки (див. 6.3) відбирають з поверхні такий об'єм розчину метанолу, що містить від 10 мг до 50 мг води.

Примітка 4. Для деяких поверхнево-активних речовин, наприклад цеогітів, тільки частину кристалізаційної води можна визначити описаним методом.

8.3 Визначання масової частки води

Поміщають 20 см³ розчинника (див. 5.5) і магнітну мішалку, використовуючи пінцет, у посудину для титрування приладу Карла Фішера (див. 6.1). Під час перемішування додають реактив Карла Фішера (див. 5.3) до досягнення електрометричної точки, яку фіксує шкала приладу. Кількість реактиву, яку використовували, фіксувати не треба.

Додають випробувальну пробу (див. 8.2). Перемішують до розчинення і титрують до тієї самої електрометричної точки. Фіксують об'єм реактиву Карла Фішера, який використовували.

Здійснюють друге визначання, додаючи іншу випробувальну порцію і повторюючи титрування.

9 ОПРАЦЮВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

Масову частку води, у відсотках, виражають формулою:

$$\frac{\rho(\text{H}_2\text{O}) \cdot V_2}{m_0} \cdot 100,$$

- де V_2 — об'єм реактиву Карла Фішера (див. 5.3), який використовували для визначання (див. 8.3), см³;
 m_0 — маса випробувальної проби (див. 8.2), мг;
 $\rho(\text{H}_2\text{O})$ — визначено у 8.1.

10 ТОЧНІСТЬ

10.1 Повторюваність

Розбіжність між результатами двох визначань, виконаних одночасно чи у швидкій послідовності тим самим лаборантом на тому самому зразку, не повинна перевищувати 6 %.

10.2 Відтворюваність

Розбіжність між двома результатами, отриманими в різних лабораторіях на тому самому зразку, не повинна перевищувати 10 %.

11 ЗВІТ ПРО ВИПРОБУВАННЯ

Звіт про випробування повинен містити такі дані:

- всю інформацію, необхідну для повної ідентифікації зразка;
- посилання на цей стандарт, тип розчинника і реактиву Карла Фішера, який використовували;
- отримані результати й одиниці, у яких їх виражено;
- умови випробування;
- будь-які експлуатаційні подробиці, не зазначені у цьому стандарті чи у міжнародних стандартах, на які наведено посилання, а також будь-які експлуатаційні подробиці, розцінені як додаткові, будь-які деталі, що можуть вплинути на результати.

ДОДАТОК А
(довідковий)

**ГОТУВАННЯ РЕАКТИВУ КАРЛА ФІШЕРА,
ЩО МІСТИТЬ ПІРИДИН**

Поміщають 670 см³ метанолу чи 2-метоксіетанолу (див. 5.5) у суху колбу з коричневого скла місткістю 1 дм³ з притертою скляною пробкою.

Добавляють приблизно 85 г йоду. Закривають колбу пробкою і періодично струшують, поки йод повністю не розчиниться. Потім добавляють приблизно 270 см³ піридину, який містить не більше ніж 500 мг води в кілограмі, знову щільно закривають колбу пробкою. Оскільки реакція буде екзотермічною, тримають колбу за температури приблизно 0 °С, наприклад, занурюючи її у ванну з льодом. Використовуючи метод, описаний нижче, розчиняють 65 г діоксиду сірки у цьому розчині, забезпечуючи температуру рідини не більше ніж 20 °С.

Для введення діоксиду сірки замінюють притерту скляну пробку пристроєм, що складається з пробки з термометром і скляної вхідної трубки, яка проходить через неї (термометр і вхідна трубка повинні бути на відстані 10 мм від дна колби), і малої капілярної трубки для з'єднання з атмосферою.

Розміщають цю систему з охолоджувальною ванною на вагах і зважують з точністю до 1 г. Після цього приєднують вхідну трубку до циліндра з діоксидом сірки за допомогою гнучкого з'єднання і поглинальної трубки, заповненої осушувачем, і м'яко відкривають кран на циліндрі.

Регулюють витрату рідини діоксиду сірки так, щоб весь газ було поглинуто, але рівень рідини у вхідній трубці не підвищувався.

Забезпечують рівноважний баланс системи під час збільшення її маси, підтримуючи температуру рідини близько 20 °С. Закривають кран на циліндрі, як тільки маса збільшиться на 65 г.

Негайно видаляють гнучке з'єднання і зважують колбу з ванною з льодом і вхідною трубкою. Маса розчиненого діоксиду сірки повинна бути між 60 г (мінімум) і 70 г. Невеликий надлишок не є небезпечним.

Закривають пробкою колбу, перемішують розчин і залишають принаймні на 24 год перед використанням (щоб усунути у свіжому реактиві вплив реакцій, що відбуваються, водний еквівалент якого зменшується швидко на початку і потім набагато повільніше).

Значення водного еквівалента має бути між 3,5 мг/см³ і 4,5 мг/см³. Якщо використовують метанол, таке визначення потрібно проводити щодня, якщо використовують 2-метоксіетанол — рідше.

Можна підготувати реактив Карла Фішера, що має нижчий вміст води, розбавляючи розчин, приготовлений згідно з описом вище, із безводним метанолом (див. 5.2).

Зберігати реактив потрібно у темному захищеному від атмосферної вологості місці, краще у реактивній склянці приладу Карла Фішера (див. 6.1).

ДОДАТОК В
(довідковий)

СТИСЛЕ ВИКЛАДАННЯ КУЛОНОМЕТРИЧНОГО МЕТОДУ

У кулонометричному варіанті визначають масову частку води методом Карла Фішера. Йод, потрібний для реакції з водою, отримано анодним окисненням йодиду.

Кількість витраченого йоду є пропорційною кількості використаної електрики, одиниця вимірювання якої кулон.

Прилади промислового виробництва, що застосовують, щоб використовувати цей принцип, складні, зазвичай цілком автоматизовані і комп'ютеризовані. Прилад містить два електроди, анодний і катодний, відокремлені мембраною, які занурюють у платиновий електроліт. Реакція відбувається в анодному осередку. В іншій частині приладу вимірюють кількість використаної електрики в кулонах, відповідну кількості перетвореної води.

Кулонометричний метод чутливіший, ніж титриметричний, і дає змогу визначати менші кількості води. Однак він також чутливіший до атмосферної вологості і наявності побічних хімічних реакцій. Його не можна використовувати як арбітражний та для ухвалення остаточного рішення.

ДСТУ ISO 4317:2006

Код УКНД 71.100.40

Ключові слова: вода, визначання масової частки, засоби мийні, поверхнево-активні речовини, прилад Карла Фішера, хімічний аналіз.

Редактор **Н. Жердецька**
Технічний редактор **О. Касіч**
Коректор **В. Варчук**
Верстальник **Ю. Боровик**

Підписано до друку 05.11.2008. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 0,93. Зам. Ціна договірна.

Виконавець
Державне підприємство «Український науково-дослідний і навчальний центр
проблем стандартизації, сертифікації та якості» (ДП «УкрНДНЦ»)
вул. Святошинська, 2, м. Київ, 03115
Свідцтво про внесення видавця видавничої продукції до Державного реєстру
видавців, виготівників і розповсюджувачів видавничої продукції від 14.01.2008 р., серія ДК, № 1647

