



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ  
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ  
ПРИ ГНТ СССР

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

## И АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

1  
(21) 4476024/23-04  
(22) 23.08.88  
(46) 30.11.90. Бюл. № 44  
(71) Черкасское производственное объединение "Химволокно" им. XII съезда КПСС  
(72) М.И. Лашкова, И.Н. Нападайло и Н.В. Рассыхаева  
(53) 543.42.063(088.8)

(56) Эшворт М.Р.Ф. Титриметрические методы анализа органических соединений. Методы косвенного титрования. Кн. 1. М.: Химия, 1972, с. 55-58.

Справочник по аналитическому контролю в производстве искусственных и синтетических волокон. Ред. Пакивер А.Б. М., 1957, с. 360.

2  
(54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАТИОНОАКТИВНЫХ И НЕИОНОГЕННЫХ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ В РАСТВОРАХ

(57) Изобретение касается аналитической химии, в частности определения катионоактивных неионогенных поверхностно-активных веществ в растворах, что может быть использовано в их производстве. Цель - повышение точности анализа. Последний ведут обработкой пробы смесью иода и борной кислоты при их молярном соотношении (0,02-0,0025): :1 в присутствии уксусной кислоты при pH 2-6 с последующим фотометрированием окрашенного раствора. Эти условия повышают точность определения. Так относительная ошибка анализа составляет 4-4,5%, 3 табл.

Изобретение относится к способу количественного определения катионоактивных и неионогенных поверхностно-активных веществ (ПАВ), представляющих собой в основном этиленгликолевые производные жирных кислот, жирных спиртов, алкилфенолов и т.п.

Цель изобретения - повышение точности определения.

Поставленная цель достигается следующим образом.

Объем анализируемой пробы, содержащей (0,2-1,2) мг ПАВ, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, приливают 20-30 мл дистиллированной воды, подкисляют до pH 2,0-6,0 и прибавляют 40-50 мл йодно-борной смеси. Через 5 мин раствор в колбе доводят

до метки дистиллированной водой и фотометрируют при длине волны (430 - 450) нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм относительно холостой пробы. По значению оптической плотности с помощью градуировочного графика находят концентрацию ПАВ в авиважной ванне.

Пример 1. 1 мл авиважной ванны, содержащей (0,3-1,0) мг стеарокса-6, переносят с помощью пипетки в мерную колбу вместимостью 100 мл, приливают 25 мл дистиллированной воды, 3 капли ледяной уксусной кислоты и 40 мл йодно-борной смеси. Пробу выдерживают при комнатной температуре в течение 5 мин, доводят до метки водой, перемешивают и замеряют оптичес-

кую плотность на фотозлектроколориметре КФК-2 при длине волны 440 нм в кювете (10 мм) относительно холостого раствора. Холостой раствор готовят в аналогичных условиях, используя вместо авиважной ванны дистиллированную воду.

Содержание стеарокса-6 находят по градуировочному графику.

Время выполнения анализа составляет 10 мин.

Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 мл задают бюреткой 5, 10, 15, 20, 25 мл стандартного раствора стеарокса-6 с массовой концентрацией стеариновой кислоты 0,05 г/л, приливают по 5-20 мл воды, по 3 капли уксусной кислоты и по 40 мл йодно-борной смеси. Через 5 мин растворы в колбах доводят до метки водой и фотометрируют в условиях примера 1.

Пример 2. В условиях примера 1 отбирают пробу авиважной ванны, приливают 5 капель ледяной уксусной кислоты, 50 мл йодно-борной смеси, через 5 мин объем раствора доводят до 100 мл и фотометрируют на фотозлектроколориметре ФЭК-56М. Содержание стеарокса-6 находят по градуировочному графику, построенному в таких же условиях.

Время выполнения анализа - 10 мин.

Пример 3. Аликвотную часть анализируемого раствора, содержащего 0,3-0,8 мг вспомогательного вещества ОП-10, помещают в мерную колбу на 100 мл, приливают 26 мл дистиллированной воды, 3 капли ледяной уксусной кислоты, 40 мл йодно-борной смеси, выдерживают в течение 5 мин при комнатной температуре, доводят до метки водой и фотометрируют при длине волны 5440 нм в кюветах с рабочей длиной 10 мм относительно холостой пробы.

Содержание ОП-10 находят по предварительно построенному градуировочному графику.

В табл. 1 представлены результаты определения стеарокса-6 предлагаемым способом в искусственных растворах, а также сравнительные результаты определения стеарокса-6 известным способом.

Определение катионоактивных ПАВ виско-314, спин-652 и алкамона ОС-2, представляющих собой соответственно алкиламинополиоксиэтиленгликоль, полиаминополиоксиэтиленгликоль и смесь

бензолсульфонатов метилдиэтиламинометильных производных диэтилгликолевых эфиров высших жирных спиртов, проводят согласно примерам 4,5.

Пример 4. Аликвотную часть анализируемого раствора, содержащую 0,2-0,3 мг виско-314 или спин-652, помещают в мерную колбу на 100 мл, подкисляют 1 н. серной кислотой до pH=4, приливают 25 мл йодно-борной смеси, доводят до метки водой и фотометрируют при длине волны 440 нм в кюветах с рабочей длиной 20 мм относительно холостой пробы. Содержание виско-314 находят по предварительно построенному градуировочному графику.

Пример 5. 25 мл раствора, содержащего 0,4-0,8 мг алкамона ОС-2, переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, приливают 1 н. раствор соляной кислоты до pH = 5,40 мл йодно-борной смеси и доводят до метки водой. Фотометрируют в условиях примера 1.

Из данных табл. 1 следует, что предлагаемый способ позволяет получить более точные результаты, чем известный.

В табл. 2 представлены результаты определения при различных соотношениях йода и борной кислоты: 1-е мольное соотношение 0,020:1; 2-е - 0,010:1; 3-е - 0,005:1; 4-е - 0,0025:1 и раствор йода без добавки кислоты.

Установлено, что все указанные смеси пригодны для данного определения, однако в случае полного исключения борной кислоты из смеси окраска комплекса ПАВ с йодом развивается очень медленно и неустойчива во времени.

Определение предпочтительно выполнять при pH 2-6. Оптическая плотность определяемого раствора резко падает при pH < 2 и уже при pH = 1,5 близка к нулю, при pH > 6 растворы мутнеют, их фотометрирование невозможно. Данные по зависимости оптической плотности растворов стеарокса-6 и ОП-10 с йодно-борной смесью от pH среды представлены в табл. 3.

Некоторые ПАВ при проверке на модельных растворах не образуют мути и при pH = 6,5, однако анализ производственных ванн, содержащих наряду с определяемым и другие компоненты или примеси, при pH > 6 нецелесообразен из-за появления муты.

Формула изобретения  
Способ определения катионоактивных и неионогенных поверхностно-активных

веществ в растворах с использованием фотометрирования, отличающийся тем, что, с целью повышения точности определения, анализируемую пробу перед фотометрированием обрабаты-

вают смесью иода и борной кислоты, взятых в молярном соотношении (0,02-0,0025):1, после предварительного подкисления, предпочтительно уксусной кислотой до pH 2-6,

Т а б л и ц а 1

Заданная концентрация стеарокса-6 в пересчете на стеариновую кислоту, г/л	Найденная концентрация стеарокса-6 в пересчете на стеариновую кислоту, г/л			
	Определенная способом по примеру 1	Относительная ошибка, %	Определенная способом 2 с добавкой натрия хлористого	Относительная ошибка, %
0,44	0,42	4,5	0,21	52,2
0,62	0,66	6,5	0,98	58,1
0,25	0,24	4,0	0,48	92,0
0,47	0,49	4,3	0,87	85,1
0,58	0,54	6,9	0,92	58,6
0,38	0,40	5,12	0,66	73,7
0,26	0,25	3,8	0,48	84,6

Т а б л и ц а 2

Номер иодно-борной смеси	Изменение оптической плотности растворов стеарокса-6 с иодно-борной смесью во времени при концентрации стеарокса-6					
	0,5 мг/пробе			1,0 мг/пробе		
	5	10	15	5	10	15
1	0,158	0,157	0,159	0,320	0,318	0,319
2	0,160	0,158	0,161	0,321	0,320	0,321
3	0,161	0,159	0,159	0,319	0,321	0,320
4	0,157	0,159	0,158	0,317	0,319	0,318
Без борной кислоты	0,09	0,10	0,12	0,200	0,207	0,230

Т а б л и ц а 3

pH	Оптическая плотность растворов			
	стеарокса-6		ОП-10	
	0,5 мг/пробе	1,0 мг/пробе	0,6 мг/пробе	1,2 мг/пробе
1,5	0,01	0,00	0,02	0,05
2,2	0,267	0,501	0,217	0,450
3	0,269	0,502	0,220	0,440

Продолжение табл.3

рН	Оптическая плотность растворов			
	стеарокса-6		ОП-10	
	0,5 мг/пробе	1,0 мг/пробе	0,6 мг/пробе	1,2 мг/пробе
4	0,260	0,520	0,220	0,446
6	0,258	0,508	0,232	0,458
6,5	Р-ры мутные, оптическая плотность во времени падает:			
	Через 5 мин 0,32			
	10 мин 0,25			
	15 мин 0,22			

Составитель С.Хованская

Редактор А. Маковская

Техред Л.Сердюкова

Корректор Т. Малец

Заказ 3/3/

Тираж 488

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР  
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г.Ужгород, ул. Гагарина, 101