ГОСТ Р 50001—92
(ИСО 895—77)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВЕЩЕСТВА ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫЕ

АЛКИЛСУЛЬФАТЫ НАТРИЯ ВТОРИЧНЫЕ ТЕХНИЧЕСКИЕ. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Издание официальное

БЗ 4—92/445

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.185.001.4 : 006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВЕЩЕСТВА ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫЕ

Алкилсульфаты натрия вторичные технические. Методы анализа

ГОСТ Р 50001—92

Surface active agents. Technical sodium secondary alkylsulphates. Methods of analysis

(ИСО 895—77)

ОКСТУ 2409

Дата введения 01.07.93

0. ВВЕДЕНИЕ

Термин «вторичные», определяющий родовое наименование продукта в заголовке, призван отличать эти продукты от тех, которые в соответствии с современной научной практикой можно было бы назвать первичными техническими алкилсульфатами натрия. Как видно из приведенной ниже общей формулы, вторичные алкилсульфаты образованы из вторичных спиртов, в то время как первичные алкилсульфаты получены из первичных спиртов.

Таким образом, предметом настоящего стандарта являются вторичные алкилсульфаты. В настоящее время они обычно называются техническими сульфатами вторичных жирных спиртов.

Для того чтобы упростить текст стандарта и избежать излишних повторений, слово «вторичный» в тексте опущено, но следует понимать, что здесь рассматриваются только «вторичные алкилсульфаты натрия».

Общая формула продуктов, которые являются предметом настоящего стандарта, такова:

$$\begin{matrix} R \\ R' \end{matrix}\!\!\rangle CH \cdot O - SO_3Na,$$

где R и R′ — алифатические радикалы.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

1. НАЗНАЧЕНИЕ

Настоящий стандарт регламентирует методы анализа технических алкилсульфатов натрия. Он охватывает определение следующих показателей:

измерение pH;
определение воды;
определение щелочности или свободной кислотности;
определение общей щелочности;
определение веществ, экстрагируемых петролейным эфиром;
определение алкилсульфатов натрия;
определение сульфата натрия;
определение хлорида натрия.

Он также устанавливает общую схему анализа (см. приложение).

2. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется только на технические алкилсульфаты натрия в жидком виде, свободные от других продуктов, которые не связаны с их производством. Он неприменим к порошкам или пастам.

3. ССЫЛКИ

ГОСТ 6732.2 «Красители органические, продукты промежуточные для красителей, вещества текстильно-вспомогательные. Методы отбора проб».

ГОСТ 22386 «Кислоты жирные синтетические. Метод определения кислотного числа»

ГОСТ 22567.5 «Средства моющие синтетические порошкообразные. Метод определения концентрации водородных ионов».

ГОСТ 14870 «Реактивы. Методы определения содержания воды».

ГОСТ 4204 «Кислота серная. Технические условия».

4. ОТБОР ПРОБЫ

Поскольку материал для анализа представляет собой жидкость и, таким образом, является однородным при 20°С, лабораторную пробу массой около 300 г готовят по ГОСТ 6732.2.

5. ОБЩИЙ ПРИНЦИП*

Приготовление водно-спиртового раствора аналитической пробы, от которой отделяют продукты, экстрагируемые петролейным эфиром.

* См. общую схему анализа в приложении

Отделение алкилсульфатов натрия от аликвотной части остатков водно-спиртовой жидкости после многократного испарения до сухого состояния в присутствии этанола и конечное извлечение безводного остатка с этанолом.

На отдельных навесках проводят:

измерение pH;
определение воды;
определение щелочности или свободной кислотности;
определение общей щелочности;
определение сульфата натрия;
определение хлорида натрия.

6. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

6.1. Измерение pH

Измерение pH следует выполнять по ГОСТ 22567.5 в растворе лабораторной пробы с массовой долей 10%.

Примечание. При pH меньше 7,0 проба и представляемая ею партия будут нестойки, поэтому результаты большинства опытов будут со временем меняться. В этих случаях партия обычно бракуется без проведения дальнейших анализов.

6.2. Определение воды

Определение воды — по ГОСТ 14870.

6.3. Определение свободной щелочности или свободной кислотности

Определение свободной щелочности или свободной кислотности — по ГОСТ 22386.

6.4. Определение общей щелочности

Может случиться, что при измерении pH в соответствии с п. 6.1 будет получено значение, значительно превышающее 7, а при определении щелочности в соответствии с п. 6.3 — значение, значительно превышающее 0,3. В таких случаях рекомендуется общую щелочность определять по ГОСТ 22386.

6.5. Определение веществ, экстрагируемых петролейным эфиром

6.5.1. *Введение*

К веществам, экстрагируемым петролейным эфиром, относятся не содержащие серу продукты, а также продукты, содержащие серу, которые не диссоциируют в водном растворе.

6.5.2. *Принцип*

Экстракция петролейным эфиром продуктов, указанных в п. 6.5.1, из водно-спиртового раствора аналитической порции с учетом летучести рассматриваемых продуктов.

6.5.3. *Реактивы*

В процессе анализа следует пользоваться только реактивами квалификации ч.д.а. и только дистиллированной водой или водой равноценной чистоты.

6.5.3.1. Сульфат натрия безводный.

6.5.3.2. Этанол, 96 %-ный (по объему) раствор.

6.5.3.3. Петролейный эфир, пределы кипения 40—60°С. Остаток после испарения не должен превышать 0,002% (молярных).

6.5.3.4 Гидроксид натрия, раствор приблизительной молярной концентрации 0,1 моль/дм³.

6.5.3.5. Фенолфталеин, спиртовый раствор массовой концентрации 1 г/дм³.

6.5.4. *Аппаратура*

Обычная лабораторная аппаратура и:

6.5.4.1. Круглодонная колба вместимостью 250 см³ с притертым горлом.

6.5.4.2. Дефлегматор длиной 20 см и внутренним диаметром около 10 мм с притертым стеклянным конусом на нижнем конце, который бы входил в горло колбы (п. 6.5.4.1)

6.5.4.3. Холодильник номинальной длиной (рубашки) 160 мм по ГОСТ 25336.

6.5.4.4. Три делительных воронки вместимостью 500 см³ с притертыми стеклянными пробками по ГОСТ 25336.

6.5.4.5. Мерная колба с одной меткой вместимостью 500 см³ по ГОСТ 1770.

6.5.4.6. Коническая колба вместимостью 250 см³ по ГОСТ 25336.

6.5.5. *Методика*

6.5.5.1. Навеска. Взвешивают с точностью до 0,01 г лабораторную пробу, содержащую приблизительно 4 г алкилсульфатов натрия, в химический стакан емкостью 100 см³.

6.5.5.2. Определение. Помещают навеску (п. 6.5.5.1) в одну из делительных воронок вместимостью 500 см³ (п. 6.5.4.4) (А), промывают химический стакан водой с тем, чтобы получить конечный объем приблизительно 125 см³ и добавляют 50 см³ раствора этанола (п. 6.5.3.2).

Проверяют, чтобы раствор имел слабо щелочную реакцию по раствору фенолфталеина (п. 6.5.3.5) и в случае необходимости делают его слабо щелочным, добавляя раствор гидроксида натрия (п. 6.5.3.4) до получения бледно-розового цвета фенолфталеинового индикатора.

Встряхивают для получения однородной смеси. Дают остыть, добавляют 50 см³ петролейного эфира (п. 6.5.3.3).

Интенсивно встряхивают примерно 30 с и дают разделиться. Добавляют минимальное количество раствора этанола (п. 6.5.3.2), необходимое для разрушения любой образовавшейся эмульсии.

Переливают нижний слой во вторую делительную воронку (п. 6.5.4.4) (В). Экстрагируют еще одной порцией петролейного эфира (50 см³). Собирают нижний слой в третью делительную воронку (п. 6.5.4.4) (С), а верхний слой переводят в первую делительную воронку (А). Проводят экстракцию водно-спиртовой фазы еще три раза, используя каждый раз 50 см³ петролейного эфира.

После последней экстракции объединяют углеводородные фазы в делительной воронке (А), а водно-спиртовую фазу переводят в химический стакан емкостью 400 см³. Промывают делительные воронки (В) и (С) три раза, используя каждый раз 20 см³ воды. Альтернативно можно использовать раствор этанола концентрации 5—10% (по объему). Промывные материалы добавляют к водно-спиртовой фазе в химическом стакане.

Углеводородный экстракт промывают последовательными порциями по 15 см³ воды до исчезновения щелочной реакции промывной воды. Промывную воду добавляют к водно-спиртовой фазе.

Водно-спиртовую фазу прогревают в кипящей водяной бане в течение 10—15 мин для испарения петролейного эфира и дают остыть.

Убеждаются, что раствор все еще имеет слабо щелочную реакцию по раствору фенолфталеина, и в случае необходимости делают его слабо щелочным, добавляя раствор гидроксида натрия (п. 6.5.3.4) до получения бледно-розового цвета фенолфталеинового индикатора. Переводят этот раствор в мерную колбу с одной меткой (п. 6.5.4.5), промывают химический стакан водой и добавляют промывную воду в мерную колбу. Разбавляют до метки. Этот раствор, *L*, используют для определения алкилсульфатов натрия.

Переводят углеводородный слой количественно в коническую колбу (п. 6.5.4.6), содержащую приблизительно 10 г сульфата натрия (п. 6.5.3.1). Встряхивают жидкость, дают отстояться в течение 30 мин и фильтруют через фильтровальную бумагу в предварительно отградуированную колбу (п. 6.5.4.1), содержащую несколько стеклянных шариков. Коническую колбу, сульфат натрия и фильтр промывают пять раз, используя всякий раз 10 см³ петролейного эфира. Особое внимание обращают на края фильтровальной бумаги, на которых не должно быть никаких жирных пятен.

Закрепляют дефлегматор (п. 6.5.4.2) и холодильник (п. 6.5.4.3) на колбе, ставят весь аппарат на нагревательную плитку или в водяную баню и дистиллируют до тех пор, пока не отгонят почти весь растворитель. Снимают дефлегматор, дают остыть приблизительно до 30°С и удаляют последние следы растворителя мягкой струей сухого холодильного воздуха. Для этого поддерживают поток воздуха и вращают колбу от руки в наклонном положении

в стороне от нагревательной плитки или водяной бани. При этом жидкость в колбе растечется тонким слоем по внутренней поверхности колбы, что облегчит удаление последних следов растворителя.

Во избежание потерь необходимо провести испарение растворителя аккуратно, особенно при пропускании воздушного потока. Для этого проводят первое взвешивание колбы, охлажденной до комнатной температуры и тщательно высушенной, когда еще имеется различимый запах растворителя. Отмечают массу, затем вновь подогревают колбу примерно до 30°С, чтобы ее содержимое стало жидким, и пропускают поток воздуха над ним еще в течение 1 мин. Охладив и осушив колбу, взвешивают ее снова и отмечают массу.

При повторении этих операций и нанесении на график последовательных результатов взвешивания можно заметить, что после резкого падения кривая выходит на практически горизонтальный минимум. Второе взвешивание на горизонтальном участке считают концом операции, и отмеченную массу регистрируют в качестве массы конечного сухого остатка. Разница между последующими результатами взвешивания должна наблюдаться только в третьей значащей цифре.

6.5.6. *Обработка результатов*

6.5.6.1. Метод расчета. Массовую долю вещества, экстрагируемого петролейным эфиром, вычисляют в процентах по следующей формуле

$$m_1 \cdot \frac{100}{m_0},$$

где m_0 — масса навески (п. 6.5.5.1), г;

m_1 — масса полученного остатка, г.

6.5.6.2. Воспроизводимость. Разница между результатами, полученными на одном и том же образце в двух разных лабораториях, не должна превышать 1%.

6.6. Определение алкилсульфатов натрия

6.6.1. *Принцип*

Испарение аликвотной порции водно-спиртовой жидкости (см. п. 6.5.5.2) до $^1/_{10}$ ее объема, добавление этанола и испарение досуха. Дальнейшее добавление этанола и испарение досуха (эти последовательные испарения выполняются для полного удаления воды из водно-спиртового раствора). Экстракция горячим этанолом алкилсульфатов натрия из полученного таким образом сухого остатка.

Извлечение алкилсульфатов натрия путем испарения растворителя. Остаток может содержать некоторое количество хлорида натрия и карбоната натрия, их масса определяется и вычитается из суммарной массы остатка экстракта.

Примечание. Крайне важно, чтобы в течение процесса определения раствор оставался щелочным

6.6.2. *Реактивы*

В процессе следует пользоваться только реактивами квалификации ч.д.а. и дистиллированной водой или водой равноценной чистоты.

6.6.2.1. Ацетон. Остаток после испарения не должен превышать 0,005 г на 100 см³.

6.6.2.2. Этанол, 96 %-ный (по объему) раствор, слегка щелочной за счет введения раствора гидроксида натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³ в присутствии раствора фенолфталеина (п. 6.6.2.4) в качестве индикатора.

6.6.2.3. Серная кислота, титрованный раствор молярной концентрации $c(H_2SO_4) = 0{,}1$ моль/дм³.

6.6.2.4. Фенолфталеин, спиртовый раствор массовой концентрации 1 г/дм³.

6.6.3. *Аппаратура*

Обычная лабораторная аппаратура и

6.6.3.1. Пипетка вместимостью 100 см³ по ГОСТ 20292.

6.6.3.2. Печь с регулируемой температурой в диапазоне 85—90°С.

6.6.3.3. Вакуум-эксикатор.

6.6.4. *Методика*

6.6.4.1. Навеска. Используют водно-спиртовой раствор L_1, оставшийся от определения веществ, экстрагируемых петролейным эфиром (см. п. 6.5), и соответствующий навеске массой m_0.

Пипеткой (п. 6.6.3.1) вводят аликвотную порцию объемом 100 см³ в химический стакан емкостью 250 см³.

6.6.4.2. Определение. Уменьшают объем навески (п. 6.6.4.1) примерно до 10 см³ путем выпаривания в водяной бане с использованием потока воздуха. Добавляют 20 см³ раствора этанола (п. 6.6.2.2) и выпаривают досуха. Добавляют еще 20 см³ раствора этанола и снова выпаривают досуха. Затем добавляют 50 см³ раствора этанола, тщательно перемешивают остаток стеклянной палочкой и доводят до кипения в водяной бане. Кипятят 3 мин, время от времени помешивая.

Дают веществу, нерастворимому в этаноле, осесть, и декантируют всплывающую жидкость, профильтровав ее через фильтровальную бумагу, в предварительно градуированную колбу вместимостью 250 см³, содержащую несколько стеклянных шариков.

Помещают колбу в кипящую водяную баню и выпаривают фильтрат, пропуская пары растворителя через трубку, вставленную в горло колбы.

Добавляют в химический стакан 25 см³ раствора этанола, доводят до кипения и кипятят на медленном огне 2 мин. Затем дают отстояться и фильтруют всплывающую жидкость через ту же фильтровальную бумагу в ту же колбу.

Повторяют экстракцию еще два раза, каждый раз с 25 см³ горячего раствора этанола. При последнем добавлении раствора этанола большую часть нерастворимого вещества переводят на фильтровальную бумагу. Промывают химический стакан, фильтр и его содержимое горячим раствором этанола и сливают через фильтр, обращая особое внимание на края фильтровальной бумаги, на которых не должно быть никаких жирных пятен.

Продолжают выпаривание содержимого колбы досуха с отсосом. Добавляют 10 см³ ацетона (п. 6.6.2.1).

Выпаривают растворитель. Для этого вращают колбу от руки в наклонном положении, пропуская через нее поток воздуха. При этом жидкость в колбе растечется тонким слоем по внутренней поверхности колбы, что облегчит удаление последних следов растворителя.

После этого помещают колбу на 5 мин в печь (п. 6.6.3.2) с температурой, отрегулированной на 85—90°С. Остужают в вакуум-эксикаторе (п. 6.6.3.3). Повторяют операции высушивания, охлаждения и взвешивания до получения постоянной массы, т. е до тех пор, пока разность результатов двух последовательных взвешиваний, выполненных с интервалом 15 мин, не станет равна или меньше 0,005 г.

Растворяют остаток в воде, в случае необходимости—при слабом подогревании до полного растворения. Убеждаются, что этот раствор имеет щелочную реакцию по фенолфталеину и определяют содержание карбоната натрия*, который мог быть перенесен при экстрагировании, путем титрования раствором серной кислоты (п. 6.6.2.3) с использованием раствора фенолфталеина в качестве индикатора. Затем потенциометрическим методом (см. п. 6.8), используя в качестве навески всю оставшуюся жидкость на основе воды, определяют содержание в этой оставшейся жидкости ионов хлорида (Cl^-) из хлорида натрия, который мог быть перенесен.

6.6.5. *Представление результатов*

6.6.5.1. Метод расчета и формула. Массовую долю вторичных алкилсульфатов натрия в процентах определяют по следующей формуле

$$[m_1 - (0{,}0103\,V_0 + 0{,}00585\,V_1)] \cdot \frac{500}{100} \cdot \frac{100}{m_0} =$$

$$= [m_1 - (0{,}0103\,V_0 + 0{,}00585\,V_1)] \cdot \frac{500}{m_0},$$

где m_0 — масса навески (п. 6.5.5.1), г,

m_1 — масса полученного остатка, г;

---

* Если при определении общей щелочности (см. п. 6.4) получен тот же результат, как и при определении свободной щелочности (см п 6.3), содержание карбоната натрия определять не обязательно.

V_0 — объем раствора серной кислоты (п. 6.6.2.3), использованного при определении карбоната натрия (см. примечание 2), см³;

V_1 — объем титрованного раствора нитрата серебра молярной концентрации — приблизительно 0,1 моль/дм³ (готовят следующим образом:

в мерной колбе вместимостью 500 см³ растворить 8,5 г нитрата серебра, довести объем до метки и перемешать. Раствор хранить в бутыли из стекла, использованного при определении ионов хлорида (Cl^-) (см. п. 6.8), см³.

Примечания:

1. Если применяемые титрованные растворы имеют не точно ту концентрацию, которая указана в списке реактивов, при расчете результатов необходимо вводить соответствующие поправочные коэффициенты.

2. Если при определении общей щелочности (см. п. 6.4) получен иной результат, чем при определении свободной щелочности (см. 6.3), необходимо ввести соответствующую поправку на наличие карбонатов.

6.6.5.2. Воспроизводимость. Разница между результатами, полученными на одном и том же образце в двух разных лабораториях, не должна превышать 1,2%.

6.7. Определение сульфата натрия

Определение сульфата натрия — по ГОСТ 28478.

6.8. Определение хлорида натрия

6.8.1. *Принцип*

Потенциометрическое титрование хлорид-ионов с помощью титрованного раствора нитрата серебра в азотно-кислой среде, контролируемое с помощью серебряного электрода (измерительный электрод) и электрода ртуть — сульфат ртути (I) (электрод сравнения).

6.8.2. *Реактивы*

В процессе проведения анализа используют только реактивы известного аналитического качества и дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

6.8.2.1. Азотная кислота, раствор ρ_{20}=1,33 г/см³.

6.8.2.2. Азотная кислота, раствор молярной концентрации приблизительно 6 моль/дм³.

6.8.2.3. Нитрат серебра, титрованный раствор молярной концентрации приблизительно 0,1 моль/дм³.

В мерной колбе вместимостью 500 см³ растворить 8,5 г нитрата серебра, довести объем до метки и перемешать. Раствор хранить в бутыли из стекла.

6.8.2.4. Хлорид калия, калибровочный раствор сравнения молярной концентрации 0,1 моль/дм³.

С точностью 0,001 г взвешивают 3,728 г хлорида калия, предварительно просушенного при 105°С в течение 2 ч и охлажденного в эксикаторе. Растворяют в небольшом количестве воды и

полностью переливают раствор в мерную колбу вместимостью 500 см³. Доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

6.8.2.5. Метилоранж, раствор массовой концентрации 1 г/дм³.

6.8.3 *Оборудование*

Обычное лабораторное оборудование и:

6.8.3.1. Потенциометр чувствительностью 2 мВ (потенциал от —500 до +500 мВ).

6.8.3.2. Серебряный электрод.

6.8.3.3. Ртуть (I), ртуть-сульфатный электрод (с раствором сульфата калия в качестве соединительной жидкости).

Примечание. В случае, если такого электрода сравнения нет, вместо него можно использовать электрод каломель — насыщенный раствор KCl, но он должен соединяться мостиком из нитрата калия — агара со стаканом, в котором проводится титрование и куда опускается измерительный электрод (Ag)

Такой мостик очень легко может быть изготовлен следующим образом. Насытить 100 см³ воды приблизительно 32 г нитрата калия, затем добавить 4 г агара и нагреть при температуре 70°С до полного растворения. Заполнить капиллярную U-образную трубку (внутренним диаметром от 2 до 3 мм, длиной колен от 8 до 10 см и расстоянием между коленами около 6 см), сохраняя температуру около 70°С, этим раствором. Затем дать охладиться. При охлаждении свободные концы колен должны быть погружены в раствор.

6.8.3.4. Электромеханическая мешалка.

6.8.3.5. Бюретка вместимостью 50 см³ по ГОСТ 20292.

6.8.4. *Методика проведения операций*

С целью уменьшения эффектов термического и электрического гистерезиса необходимо делать так, чтобы температуры электродов, используемых для промывания вод, калибровочных растворов и испытуемого раствора были бы как можно более близкими одни по отношению к другим. Температуры калибровочных растворов и испытуемого раствора не должны отличаться более чем на 1°С. Рекомендуемая температура измерения должна, насколько это возможно, быть равной 20°С.

Примечание. Метод определения содержания соответствует методу, который описан в ГОСТ 4204, а также общему методу определения содержания хлоридов потенциометрически

6.8.4.1. *Отбор пробы*

С точностью 0,001 г взвесить в стакане вместимостью 250 см³ около 2 г лабораторного образца.

6.8.4.2. *Определение титра раствора нитрата серебра*

6.8.4.2.1. Подготовка оборудования

Включить прибор и дать ему возможность работать в течение времени, которое требуется для хорошей электрической стабили-

зации сети перед началом проведения измерений согласно инструкциям изготовителя. Заметить температуру калибровочного раствора сравнения, осуществить соответствующее регулирование в цепи корректировки температуры и проверить ноль аппарата. Эти параметры в процессе последующих операций не должны изменяться.

6.8.4.2.2. Титрование

Отобрать соответственно 5,00 и 10,00 см³ калибровочного раствора сравнения хлорида калия (п. 6.2.3.4) и поместить их в два чистых и сухих стакана соответствующей вместимости (например, 150 см³). Провести для каждого раствора следующее титрование.

После подкисления раствора азотной кислотой (п. 6.8.2.2) добавить количество воды, достаточное для получения объема около 100 см³.

Перемешать полученный раствор и погрузить в него серебряный электрод (п. 6.8.3.2), а также свободный конец мостика. Подключить электроды к потенциометру (п. 6.8.3.1) и отметить исходное значение потенциала после того, как проверен ноль на потенциометре.

С помощью пипетки (п. 6.8.3.5) добавить частями (по 1 см³ за один раз) раствор нитрата серебра (п. 6.8.2.3) и после каждого добавления дождаться стабилизации потенциала.

Записать в двух первых колонках таблицы постепенно добавляемые объемы, а также соответствующие значения потенциалов.

При приближении к точке равновесия продолжить добавление раствора нитрата серебра частями по 0,05 см³.

В третьей колонке записать последовательные приращения потенциала E ($\Delta_1 E$). В четвертой колонке отметить положительные или отрицательные разности $\Delta_2 E$ между приращениями потенциала $\Delta_1 E$.

Окончание титрования соответствует добавлению 0,05 см³ раствора нитрата серебра, которое дает максимальную величину $\Delta_1 E$.

Точный объем (V_{EQ}) раствора нитрата серебра, соответствующий окончанию реакции, рассчитывают по формуле

$$V_{EQ} = V_0 + V_1 \frac{b}{B},$$

где V_0 — объем раствора нитрата серебра (п. 6.8.2.3), самый близкий снизу к объему, который дает максимальное приращение $\Delta_1 E$, см³;

V_1 — объем раствора нитрата серебра (п. 6.8.2.3), соответствующий последней добавленной части (0,05 см³), см³;

b — последнее положительное значение $\Delta_2 E$;

B — сумма абсолютных значений последнего положительного значения $\Delta_2 E$ и первого отрицательного значения $\Delta_2 E$.

6.8.4.2.3. Расчет титра раствора

Титр (T) раствора нитрата серебра рассчитывают по формуле

$$T = T_0 \cdot \frac{5}{V_2 - V_3},$$

где T — молярная концентрация калибровочного раствора сравнения хлорида калия (п. 6.8.2.4);

V_2 — значение V_{EQ}, соответствующее титрованию 10 см³ калибровочного раствора сравнения хлорида калия (п 6.8.2.4), см³;

V_3 — значение V_{EQ}, соответствующее титрованию 5 см³ калибровочного раствора сравнения хлорида калия (п. 6.8.2.4), см³;

5 — разность между двумя отобранными калибровочными растворами сравнения хлорида калия (п. 6.8.2.4), см³.

6.8.4.3. *Определение*

Растворить или разбавить, смотря по необходимости, отобранную пробу (п. 6.8.4.1) в 100 см³ воды. Добавить 10 см³ раствора азотной кислоты (п. 6.8.2.1), продолжить согласно указаниям, данным в пп. 6.8.4.2.1 и 6.8.4.2.2.

6.8.5. *Представление результатов*

6.8.5.1. *Способ расчета*

Массовую долю хлорид-ионов в процентах по хлориду натрия рассчитывают по формуле

$$V_4 \cdot T \cdot 0{,}0585 \cdot \frac{100}{m} = \frac{5{,}85 \cdot T \cdot V_4}{m},$$

где T — титр раствора нитрата серебра, рассчитанный по п. 6.8.4.2.8;

V_4 — значение V_{EQ}, соответствующее определению по п. 6.8.4.3, см³;

m — масса отобранной пробы (п. 6.8.4.1), г.

6.8.5.2. *Воспроизводимость*

Разница между результатами, полученными для одного и того же образца в двух различных лабораториях, не должна превышать 0,2%.

Примечание. Если содержание хлорида натрия меньше 0,1% (мольное отношение), следует указывать «следы».

7. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

В протоколе испытаний должны содержаться следующие сведения:

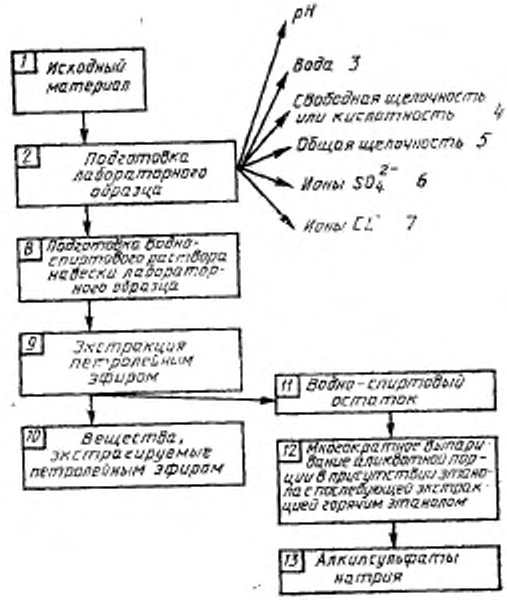
а) необходимые для полной идентификации образца;

б) ссылка на использованный метод (ссылка на настоящий международный стандарт);

в) результаты, а также форма, по которой они представлены;

г) условия проведения испытаний;

д) все детали, не предусмотренные в настоящем стандарте, или дополнительные, а также все возможные отклонения, способные повлиять на результаты.



ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН ТК 193 «Кислоты жирные синтетические, высшие жирные спирты, поверхностно-активные вещества»

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 15.07.92 № 691
Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 895—77 «Вещества поверхностно-активные. Алкилсульфаты натрия вторичные технические. Методы анализа» и полностью ему соответствует

3. Срок первой проверки — 1997 г.
Периодичность проверки — 5 лет

4. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	6.5.4.5
ГОСТ 4204—77	6.8.4
ГОСТ 6732.2—89	3, 4
ГОСТ 14870—77	3, 6.2
ГОСТ 20292—74	6.6.3.1
ГОСТ 22386—77	3, 6.3, 6.4
ГОСТ 22567.5—77	3, 6.1
ГОСТ 25336—82	6.5.4.3, 6.5.4.4, 6.5.1.6
ГОСТ 25644—88	6.5.4.4, 6.5.4.5
ГОСТ 28478—90	6.7

Редактор *Н. П. Щукина*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *М. С. Кабашова*

Сдано в наб. 03.08.92 Подп. в печ. 03.09.92. Усл. п. л. 1,0. Усл. кр.-отт. 1,0. Уч.-изд. л. 0,93. Тир. 154 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1369

gost.e-ecolog.ru