ГОСТ 28478—90
(ИСО 6844—83)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВЕЩЕСТВА ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫЕ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ НЕОРГАНИЧЕСКОГО СУЛЬФАТА

ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Издание официальное

БЗ 10—2004

Москва
Стандартинформ
2005

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.185.001.4:006.354 Группа Л29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Вещества поверхностно-активные

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ НЕОРГАНИЧЕСКОГО СУЛЬФАТА

Титриметрический метод

ГОСТ 28478—90 (ИСО 6844—83)

Surface active agents. Determination of mineral sulphate content. Titrimetric method

МКС 71.100.40
ОКСТУ 2409

Дата введения 01.07.91

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения содержания неорганического сульфата в поверхностно-активных веществах (ПАВ), применяемый для анализа анионных ПАВ, содержащих сульфаты натрия, аммония или алканоламина.

Метод не применим для анализа продуктов, содержащих другие соединения, например фосфаты или большие количества хлорида, которые в условиях этого метода дают умеренно растворимую соль свинца, а также для анализа большинства солей слабых кислот (например мыл или моноэфиров сульфоянтарной кислоты), которые могут мешать определению pH раствора.

Примечание. Определение проводят при pH, как указано в примечании 1 к п. 5.2. При pH ниже 4 реакция не является стехиометрической.

Настоящий стандарт применяется только в случаях, указанных в соответствующем НТД на продукт.

1. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Сущность заключается в титровании опытного образца буферного ацетонового раствора титрованным раствором нитрата свинца в присутствии дитизона в качестве индикатора.

2. РЕАКТИВЫ

Для анализа используют дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты и реактивы, указанные ниже.

Ацетон.

Кислота азотная, раствор концентрации c (HNO_3) = 1 моль/дм^3.

Гидроокись натрия, раствор концентрации c = 40 г/дм^3.

Нитрат свинца (II), титрованный раствор концентрации c ($Pb(NO_3)_2$) = 0,01 моль/дм^3.

Растворяют (3,312 ± 0,005) г нитрата свинца (II) в 200 см^3 воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 с одной меткой, снабженную стеклянной притертой пробкой, разбавляют до метки водой и тщательно перемешивают.

Дихлорацетат аммония, буферный раствор pH 1,5—1,6, дающий в ацетоновой среде 70 %—85 % (по объему) pH 4,1 ± 0,2.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1990
© Стандартинформ, 2005

Добавляют 67 см^3 дихлоруксусной кислоты примерно к 250 см^3 воды и тщательно нейтрализуют раствором аммиака (около 80 см^3) с массовой долей 18 % до pH 7, пользуясь pH-метром или точной индикаторной бумагой. Охлаждают, добавляют еще 33 см^3 дихлоруксусной кислоты и разбавляют до 600 см^3.

1,5-дифенил тиокарбазон (дитизон)

$$(C_6H_5—NH—NHCSN = NC_6H_5).$$

Раствор в ацетоне концентрации 0,5 г/дм^3.

Хранят в темной бутылке, но не более одной недели.

3. ОБОРУДОВАНИЕ

Оборудование обычное лабораторное и указанное ниже.

Стакан химический вместимостью 150 см^3.

Колба мерная с одной меткой по ИСО 1042 или по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см^3.

Колба коническая вместимостью 250 см^3.

Пипетка по ИСО 648 или по ГОСТ 29169 вместимостью 5, 10, 15 и 20 см^3.

Пипетка мерная по ИСО 835-2 или по ГОСТ 29228 вместимостью 1 или 2 см^3.

Бюретка по ИСО 385-2 или по ГОСТ 29252 вместимостью 25 см^3.

Цилиндр мерный с делениями по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см^3.

4. ОТБОР ОБРАЗЦА

Лабораторный образец ПАВ приготовляют и хранят в соответствии с указаниями по отбору проб ИСО 607 (ГОСТ 30024) или по ГОСТ 2517, ГОСТ 6732.2.

5. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5.1. Опытный образец

В зависимости от предполагаемой массовой доли сульфата натрия в химическом стакане взвешивают с погрешностью не более 0,001г количество лабораторного образца, указанное в табл. 1.

Таблица 1

Предполагаемая массовая доля сульфата натрия в образце, %	Навеска образца, г
До 0,5	10—14
От 0,5 до 6,0	5
Св. 6*	Менее 5

* Для продукта с массовой долей сульфата натрия свыше 6 % взвешивают испытуемый образец, содержащий 0,1—0,3 г сульфата натрия.

5.2. Определение

Растворяют навеску (см. табл. 1) в 50 см^3 воды, подогревая в случае необходимости не более чем до 50 °С. Переносят количественно в мерную колбу с одной меткой, разбавляют до метки водой и тщательно перемешивают.

Пользуясь пипетками, отбирают соответствующий объем раствора в зависимости от предполагаемого содержания сульфата натрия, как указано в табл. 2.

Таблица 2

Предполагаемая массовая доля сульфата натрия, %	Объем аликвотной доли, см^3
Св. 3	5
От 1 до 3	10
От 0,5 до 1,5	15
До 0,5	20

Переносят отобранный объем в коническую колбу и доводят объем до 20 см^3 водой. Добавляют 1 см^3 раствора дитизона. Если раствор зеленый, добавляют раствор гидроокиси натрия до появления красной окраски.

Добавляют по каплям раствор азотной кислоты до появления зеленой окраски и затем добавляют 2,0 см^3 раствора дихлорацетата аммония и 80 см^3 ацетона. Сразу после добавления ацетона титруют буферный ацетоновый раствор титрованным раствором нитрата свинца (II), пока не будет получена кирпично-красная окраска, устойчивая в течение 15 с.

Примечания:

1. Первоначальный pH равен 4,1 ± 0,2, в процессе определения pH значительно уменьшается.
2. В конечной точке объемная доля ацетона должна составлять 70 %—85 %.

5.3. Обработка результатов

Метод расчета

Массовую долю неорганического сульфата в пересчете на сульфат натрия в процентах вычисляют по формуле

$$\frac{\frac{0{,}142\,V_1 \cdot c \cdot 100}{m_0 \cdot V_0}}{100} = \frac{1420\,V_1 \cdot c}{m_0 \cdot V_0},$$

где m_0 — масса опытного образца, г;

V_0 — объем в аликвотной доле, взятой для определения, см^3;

V_1 — объем раствора нитрата свинца (II), используемого при определении, см^3;

c — фактическая концентрация, выраженная в молях на 1 дм^3 раствора нитрата свинца;

0,142 — масса сульфата натрия, соответствующая 100 см^3 раствора нитрата свинца (II) концентрации c ($Pb(NO_3)_2$ = 1,000 моль/дм^3, г.

Точность анализа

Сравнительные анализы двух образцов лаурилэфирсульфата аммония, содержащих соответственно 0,15 % и 1,15 % неорганического сульфата, выполненные в семи лабораториях, дали статистические результаты, приведенные в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля неорганического сульфата, %, среднее значение	0,16	1,10
Стандартное отклонение повторяемости	0,02	0,04
Стандартное отклонение воспроизводимости	0,04	0,16

6. ПРОТОКОЛ АНАЛИЗА

Результаты анализа записывают в протокол, который должен включать следующие данные:

идентификацию образца;

ссылку на примененный метод (ссылка на настоящий стандарт);

результаты и способ их выражения;

все особенности, отмеченные при определении;

все операции, не включенные в настоящий стандарт или в стандарт, на который делается ссылка, либо операции, считающиеся необязательными.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное

Таблица соответствия ссылочных нормативно-технических документов

Обозначение соответствующего международного стандарта	Обозначение отечественного НТД, на который дана ссылка
ИСО 385-2—84	ГОСТ 29252—91
ИСО 607—80	ГОСТ 30024—93
ИСО 648—77	ГОСТ 29169—91
ИСО 835-2—81	ГОСТ 29228—91
ИСО 1042—75	ГОСТ 1770—74

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **ВНЕСЕН Министерством химической и нефтеперерабатывающей промышленности СССР**

2. **Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 26.03.90 № 573 введен в действие государственный стандарт СССР 28478—90, в качестве которого непосредственно применен международный стандарт ИСО 6844—83, с 01.01.91**

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 1770—74	3
ГОСТ 2517—85	4
ГОСТ 6732.2—89	4
ГОСТ 29169—91	3
ГОСТ 29228—91	3
ГОСТ 29252—91	3
ГОСТ 30024—93	4

5. **ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2005 г.**

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 19.10.2005. Подписано в печать 12.12.2005. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,40. Тираж 65 экз Зак. 916. С 2205.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru @gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» – тип.«Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru