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 gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип.«Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru