

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

## Вещества поверхностно-активные

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ  
НЕОРГАНИЧЕСКОГО СУЛЬФАТА

## Титриметрический метод

ГОСТ  
28478—90  
(ИСО 6844—83)Surface active agents. Determination of mineral sulphate content.  
Titrimetric methodМКС 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  $c(\text{HNO}_3) = 1$  моль/дм<sup>3</sup>.

Гидроокись натрия, раствор концентрации  $c = 40$  г/дм<sup>3</sup>.

Нитрат свинца (II), титрованный раствор концентрации  $c(\text{Pb}(\text{NO}_3)_2) = 0,01$  моль/дм<sup>3</sup>.

Растворяют  $(3,312 \pm 0,005)$  г нитрата свинца (II) в 200 см<sup>3</sup> воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> 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  $4,1 \pm 0,2$ .

## С. 2 ГОСТ 28478—90

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

1,5-дифенил тиокарбазон (дитизон)



Раствор в ацетоне концентрации 0,5 г/дм<sup>3</sup>.

Хранят в темной бутылке, но не более одной недели.

### 3. ОБОРУДОВАНИЕ

Оборудование обычное лабораторное и указанное ниже.

Стакан химический вместимостью 150 см<sup>3</sup>.

Колба мерная с одной меткой по ИСО 1042 или по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Колба коническая вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

Пипетка по ИСО 648 или по ГОСТ 29169 вместимостью 5, 10, 15 и 20 см<sup>3</sup>.

Пипетка мерная по ИСО 835-2 или по ГОСТ 29228 вместимостью 1 или 2 см<sup>3</sup>.

Бюретка по ИСО 385-2 или по ГОСТ 29252 вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

Цилиндр мерный с делениями по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

### 4. ОТБОР ОБРАЗЦА

Лабораторный образец ПАВ приготавливают 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 0,001 г 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<sup>3</sup> 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 <sup>3</sup>
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<sup>3</sup> водой. Добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора дитизона. Если раствор зеленый, добавляют раствор гидроксида натрия до появления красной окраски.

Добавляют по каплям раствор азотной кислоты до появления зеленой окраски и затем добавляют 2,0 см<sup>3</sup> раствора дихлората аммония и 80 см<sup>3</sup> 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  $4,1 \pm 0,2$ , 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

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

где  $m_0$  — масса опытного образца, г;

$V_0$  — объем в аликвотной доле, взятой для определения, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора нитрата свинца (II), используемого при определении, см<sup>3</sup>;

$c$  — фактическая концентрация, выраженная в молях на 1 дм<sup>3</sup> раствора нитрата свинца;

0,142 — масса сульфата натрия, соответствующая 100 см<sup>3</sup> раствора нитрата свинца (II) концентрации  $c$  ( $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2 = 1,000$  моль/дм<sup>3</sup>, 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.

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<sup>1</sup>/<sub>4</sub>. 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.

[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)

Набрано по ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» – тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6