ГОСТ Р 50472—93
(ИСО 6121—88)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВЕЩЕСТВА ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫЕ. АЛКАНСУЛЬФОНАТЫ ТЕХНИЧЕСКИЕ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛКАНМОНОСУЛЬФОНАТОВ МЕТОДОМ ПРЯМОГО ДВУХФАЗНОГО ТИТРОВАНИЯ

Издание официальное

БЗ 12—92/1283

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

УДК 661.185.001.4:006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВЕЩЕСТВА ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫЕ. АЛКАНСУЛЬФОНАТЫ ТЕХНИЧЕСКИЕ.

Определение алканмоносульфонатов методом прямого двухфазного титрования

Sulface active agents. Technical alkane sulfonates. Determination of alkane monosulfonates content by direct twophase titration

ОКСТУ 2409

ГОСТ Р 50472 — 93

(ИСО 6121 — 88)

Дата введения 01.01.94

Настоящий стандарт устанавливает метод определения алканмоносульфонатов в технических алкансульфонатах, содержащих малое количество парафинов. Метод применяют для щелочных солей, являющихся продуктами сульфохлорирования и сульфоокисления парафинов.

1. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Сущность метода заключается в определении содержания алканмоносульфатов в среде, состоящей из водной и хлороформной фаз, в присутствии сульфата натрия титрованием стандартным катион-активным раствором (хлорид бензотониум) точной концентрации в присутствии индикатора, состоящего из смеси катионного (бромид димидиум) и анионного (кислотный синий) красителей.

Примечание Химический процесс протекает следующим образом: анионактивное вещество образует соль с катионным красителем, который, растворяясь в хлороформе, придает хлороформному слою красно-розовую окраску. В процессе титрования бромид вытесняется из этой соли хлоридом, а красно-розовая окраска хлороформного слоя исчезает по мере перехода красителя в водную фазу. Избыточное количество хлорида образует соль вместе с анионным красителем, который растворяется в слое хлороформа и окрашивает его в синий цвет.

2. РЕАКТИВЫ

Для анализа используют дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1993

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

2.1. Хлороформ, $\rho_{20}=1{,}48$ г/см^3, перегнанный в интервале температур 59,5—61,5°С.

2.2. Сульфат натрия безводный, раствор массовой концентрации 200 г/дм^3.

2.3. Хлорид бензотониум (гуамин 1622), титрованный раствор молярной концентрации 0,004 моль/дм^3. Хлорид бензилдиметил-2-[2-4(1,1, 3,3-тетраметилбутил) феноксиэтокси]этиламмония, моногидрат. $[(CH_3)_3—C—CH_2—C(CH_3)_2—C_6H_4OCH_2—CH_2OCH_2—CH_2—N—(CH_3)_2—CH_2—C_6H_5]^+Cl^-\cdot H_2O$.

2.3.1. *Приготовление растворов*

1,75—1,85 г хлорида бензотониума взвешивают с точностью до 0,001 г, растворяют в небольшом количестве воды, количественно переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 с одной меткой, снабженную стеклянной пришлифованной пробкой, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

2.3.2. Для получения раствора молярной концентрации 0,004 моль/дм^3 1,792 г хлорида бензотониума, предварительно высушенного при 105°С и охлажденного в эксикаторе, взвешивают с точностью до 0,001 г, растворяют в воде и доводят водой до 1000 см^3.

2.3.3. *Определение точной концентрации*

Отбирают пипеткой 25 см^3 раствора лаурилсульфата натрия молярной концентрации точно $c(C_{12}H_{25}NaO_4S)=0{,}004$ моль/дм^3, помещают в колбу или пробирку вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 воды, 15 см^3 хлороформа и 10 см^3 смеси индикаторного раствора. Титруют раствором бензотониума, после каждого добавления закрывают колбу или пробирку и хорошо перемешивают. Нижняя фаза окрашена в розовый цвет. Продолжают титрование при тщательном перемешивании. При приближении к точке эквивалентности образующаяся во время перемешивания эмульсия быстро распадается. Продолжают добавление титранта по каплям, перемешивая после каждого его добавления, до точки перехода розового цвета в бледно-голубовато-синий.

Молярную концентрацию (c) раствора хлорида бензотониума ($C_{27}H_{42}ClNO_2$) вычисляют по формуле

$$c=\frac{c_0\cdot 25}{V_0},$$

где c_0 — точная молярная концентрация раствора лаурилсульфата натрия, моль/дм^3;

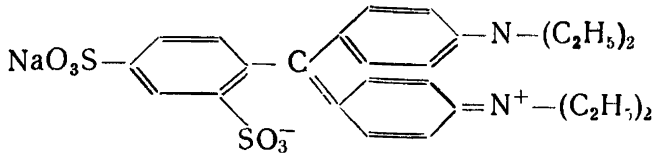
V_0 — объем раствора хлорида бензотониума, используемого для титрования, см^3.

2.4. Раствор смешанного индикатора

2.4.1. *Основной раствор*

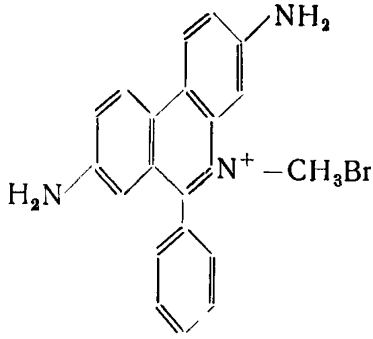
Раствор готовят из кислотного синего и бромида димидиума.

2.4.1.1. Кислотный синий (двунатриевая соль 2,4-дисульфон-4′, 4′′-динитрилодиэтил-трифениловой кислоты)



Одним из названий этого соединения в продаже является «голубой VS» или «голубой дисульфин VN-150».

2.4.1.2. Бромид димидиум (3,8-диамино-5-метил-6-фенилфенантридиниум бромид)



2.4.2. *Приготовление основного раствора*

(0,500±0,005) г бромида димидиума взвешивают с точностью до 0,001 г и помещают в стакан вместимостью 50 см³ (0,250± ±0,005) г кислотного синего взвешивают с точностью до 0,001 г и помещают во второй стакан вместимостью 50 см³ Добавляют 20—30 см³ теплого раствора этанола объемной долей 10% в каждый стакан. Перемешивают до растворения, переливают растворы в мерную колбу вместимостью 250 см³. Промывают стаканы спиртовым раствором, добавляют промывные объемы в мерную колбу и доводят до метки раствором этанола.

2.4.3. *Кислый раствор*

20 см³ основного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³ и добавляют 20 см³ раствора серной кислоты (245 г/дм³), перемешивают и доводят объем до метки водой. Хранят в темноте.

3. АППАРАТУРА

Аппаратура обычная лабораторная и

Колба мерная по ГОСТ 1770 вместимостью 250 см³.

Стакан химический по ГОСТ 25336 вместимостью 150 см³.

Цилиндр мерный или колба по ГОСТ 1770 с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см³.

Пипетка вместимостью 20 см³.

Бюретка вместимостью 25 см³.

4. ОТБОР ОБРАЗЦА

Лабораторный образец поверхностно-активного вещества готовят и хранят по ГОСТ 2517 и ГОСТ 6732.2.

5. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5.1. Необходимо соблюдать правила техники безопасности, соответствующие работе с вредными веществами.

5.2. В стакане вместимостью 150 см³ взвешивают 0,4—0,5 г алканмоносульфата с точностью до 0,001 г.

Растворяют пробу в 50 см³ воды, количественно переносят в мерную колбу, добавляя промывные воды, и доводят объем до метки водой. Хорошо перемешивают, затем отбирают пипеткой 20,0 см³ раствора и помещают в пробирку или колбу. Последовательно добавляют с помощью мерного цилиндра 10 см³ раствора сульфата натрия, 10 см³ смеси индикатора и 15 см³ хлороформа. Пробирку или колбу закрывают пробкой и хорошо перемешивают. Титруют из бюретки раствором хлорида бензотониума, добавляя его сначала по 2—3 см³, каждый раз закрывая пробирку или колбу пробкой и встряхивая. Нижний слой хлороформа окрашивается в розовый цвет. Продолжают титровать. К моменту изменения окраски образовавшаяся во время встряхивания эмульсия начинает легко разрушаться и окраска хлороформа становится более бледной. С этого момента добавляют титрант по 0,5 см³, а затем по каплям, после каждого добавления перемешивают и так до точки перехода цвета в бледный серо-синий.

5.3. Обработка результатов

Массовую долю алканмоносульфонатов в процентах вычисляют по формуле

$$\frac{V \cdot c \cdot m_r \cdot 1{,}25}{m_0},$$

где V — объем раствора хлорида бензотониума, используемого для титрования 20 см³ раствора алкансульфонатов, см³;

c — точная молярная концентрация раствора хлорида бензотониума, моль/дм³;

m_r — относительная молекулярная масса алканмоносульфоната;

m_0 — масса анализируемой пробы, г.

5.4. Точность анализа

Сравнительные анализы образцов в виде гомогенного водного раствора массовой концентрации 25% с общим содержанием растворенных веществ моно-, ди- и полисульфонатов алканов в виде натриевых солей, сульфата натрия и малых количеств парафинов, проведенные в 15 лабораториях, привели к следующим статистическим данным:

средняя массовая доля — 23,05%;

среднее квадратическое отклонение повторяемости σ_r — 0,55;

среднее квадратическое отклонение воспроизводимости σ_R — 1,57.

6. ПРОТОКОЛ АНАЛИЗА

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

необходимые сведения для полной идентификации образца;

ссылку на применяемый метод (ссылку на настоящий стандарт);

результаты и способ их выражения;

все особенности, отмеченные при определении;

все операции, не включенные в настоящий стандарт или стандарты, на которые делается ссылка, или любые подробности, которые рассматриваются как факультативные, и все, что может повлиять на результат.

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 20.01.93 № 16**

   Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 6121 — 88 «Вещества поверхностно-активные. Технические алкансульфонаты. Определение содержания алканмоносульфонатов методом прямого двухфазного титрования» и полностью ему соответствует

3. **СРОК ПРОВЕРКИ — 1999 г.**
   Периодичность проверки — 5 лет

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **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 25336—82	3

Редактор *Н П Щукина*
Технический редактор *В Н Прусакова*
Корректор *Е А Богачкова*

Сдано в набор 10 02 93 Подп в печ 26 04 93 Усл печ л 0 5 Усл кр отт 0 5
Уч изд л 0 32 Тир 337 С 147

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер, 14.
Тип «Московский печатник» Москва, Лялин пер, 6 Зак 89