

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—92/1263

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

**ВЕЩЕСТВА ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫЕ.
АЛКАНСУЛЬФОНАТЫ ТЕХНИЧЕСКИЕ.****ГОСТ Р****Определение алканмоносulfонатов методом
прямого двухфазного титрования****50472 — 93****Surface active agents. Technical alkane sulfonates.
Determination of alkane monosulfonates
content by direct twophase titration****(ИСО 6121 — 88)****ОКСТУ 2409****Дата введения 01.01.94**

Настоящий стандарт устанавливает метод определения алканмоносulfонатов в технических алкансulfонатах, содержащих малое количество парафинов. Метод применяют для щелочных солей, являющихся продуктами сulfохлорирования и сulfоокисления парафинов.

1. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

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

Примечание. Химический процесс протекает следующим образом: анион-активное 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/см³, перегнанный в интервале температур 59,5—61,5°C.

2.2. Сульфат натрия безводный, раствор массовой концентрации 200 г/дм³.

2.3. Хлорид бензотониум (гуамин 1622), титрованный раствор молярной концентрации 0,004 моль/дм³. Хлорид бензилдиметил-2-[2-4(1,1, 3,3-тетраметилбутил) феноксизетокси]этиламмония, моногидрат. $[(\text{CH}_3)_3\text{C}-\text{CH}_2-\text{C}(\text{CH}_3)_2-\text{C}_6\text{H}_4\text{OCH}_2-\text{CH}_2\text{OCH}_2-\text{CH}_2-\text{N}-(\text{CH}_3)_2-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_5]^+\text{Cl}^-\cdot\text{H}_2\text{O}$.

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 см³ 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/дм³ 1,792 г хлорида бензотониума, предварительно высушенного при 105°C и охлажденного в эксикаторе, взвешивают с точностью до 0,001 г, растворяют в воде и доводят водой до 1000 см³.

2.3.3. Определение точной концентрации

Отбирают пипеткой 25 см³ раствора лаурилсульфата натрия молярной концентрации точно $c(\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}) = 0,004$ моль/дм³, помещают в колбу или пробирку вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ воды, 15 см³ хлороформа и 10 см³ 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 ($\text{C}_{27}\text{H}_{42}\text{ClNO}_2$) вычисляют по формуле

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

где c_0 — точная молярная концентрация раствора лаурилсульфата натрия, моль/дм³;

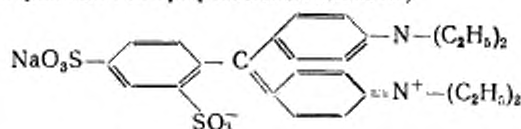
V_0 — объем раствора хлорида бензотониума, используемого для титрования, см³.

2.4. Раствор смешанного индикатора

2.4.1. Основной раствор

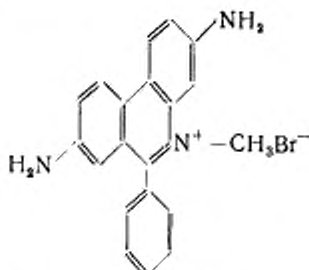
Раствор готовят из кислотного синего и бромид димиднума.

2.4.1.1. Кислотный синий (двунариевая соль 2,4-дисульфон-4', 4''-динитрилодиэтил-трифениловой кислоты)



Одним из названий этого соединения в продаже является «голубой VS» или «голубой дисульфид 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 бромид 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 алканмоносulfата 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 алканмоносulfонатов 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 алкансульфонов, см³;
 c — точная молярная концентрация раствора хлорида бензотониума, моль/дм³;

m_r — относительная молекулярная масса алканмоносulfоната;

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 алканмоносulfонатов 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, Ляля пер., 6. Зак. 89