ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СРЕДСТВА МОЮЩИЕ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ

ГОСТ 22567.6—87

Издание официальное



Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 648.18.001.4 : 006.354 Группа У29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СРЕДСТВА МОЮЩИЕ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

Метод определения массовой доли поверхностно-активных веществ

Synthetic detergents. Method for determination of surface active agents mass percentage

ГОСТ 22567.6—87

ОКСТУ 2309

Срок действия с 01.01.89
до 01.07.98

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на порошкообразные, пастообразные и жидкие синтетические моющие средства и устанавливает метод определения массовой доли поверхностно-активных веществ.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

Отбор проб по ГОСТ 22567.1—77.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г и допускаемой погрешностью взвешивания не более 0,5 мг.

Электропечь сопротивления лабораторная с терморегулятором, обеспечивающая регулирование температуры от 50 до 250°С, с погрешностью ±5°С, или сушильный шкаф, обеспечивающий аналогичное регулирование температуры.

Плитка электрическая закрытого типа по ГОСТ 14919—83.

Автотрансформатор лабораторный типа ЛАТР-1 или ЛАТР-2.

Баня водяная.

Термометр ТТ П 5 2 160 66 по ГОСТ 2823—73.

Секундомер механический по ГОСТ 5072—79.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

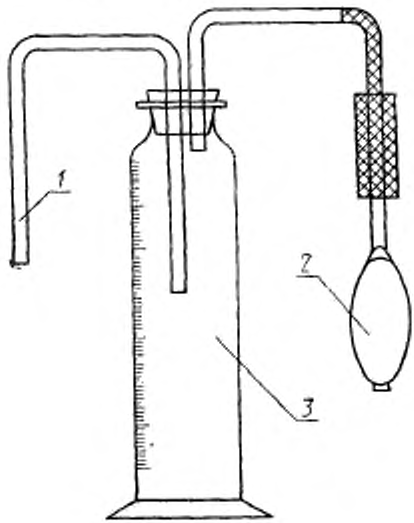
© Издательство стандартов, 1988

Штатив металлический лабораторный.

Прибор для определения массовой доли веществ, растворимых в петролейном эфире или *н*-гексане (см. чертеж).

Печь муфельная.

Прибор для определения массовой доли веществ, растворимых в петролейном эфире или *н*-гексане



1 — сифон; *2* — груша; *3* — цилиндр мерный

Ступка 4 по ГОСТ 9147—80.

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336—82, заполненный хлористым кальцием обезвоженным, чистым.

Вставка для эксикатора 2-175 по ГОСТ 9147—80

Холодильники ХПТ-1-200-14/23 ХС, ХШ-1-300-29/32 ХС по ГОСТ 25336—82.

Насадка Н1-29/32-14/23-14/23 ТС по ГОСТ 25336—82.

Алонж АКП-14/23-29/32 ТС по ГОСТ 25336—82.

Колбы Кн-2-100-34 ТХС, Кн-2-250-34 ТХС, Кн-1-250-29/32 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Колбы 1-200-2, 1-1000-2 по ГОСТ 1770—74.

Бюретки 2-2-10-0,05; 2-2-25-0,05; 6-2-5 по ГОСТ 20292—74.

Стакан Н-2-250 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Воронка В-56-80 ХС по ГОСТ 25336—82.

Воронки делительные ВД-1-250-ХС или ВД-3-250-ХС по ГОСТ 25336—82.

Чашка выпарительная 3 по ГОСТ 9147—80.

Цилиндры 2-25, 2-100 и 3-250 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 2-2-25, 2-2-50, 7-2-5, 2-2-20 по ГОСТ 20292—74.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, высший сорт, 96%-ный, нейтрализованный по фенолфталеину спиртовым раствором гидроокиси натрия или спиртовым раствором гидроокиси калия, и водный раствор с массовой долей 50%.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х. ч., спиртовой раствор концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм³.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, х. ч., спиртовой раствор концентрации c (KOH) = 0,1 моль/дм³.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, ч. д. а., спиртовой раствор с массовой долей фенолфталеина 1%.

Эфир петролейный, ч., фракция, выкипающая до 55°С, или *н*-гексан, ч.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76, х. ч., свежепрокаленный при температуре 400—450°С.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, х. ч., раствор концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм³ или фиксанал.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067—86, х. ч., раствор концентрации c (NH_4SCN) = 0,1 моль/дм³ или фиксанал.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч., концентрированная и водный раствор 1 : 1.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—77, х. ч.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74, ч. д. а., или хлороформ по ГОСТ 20015—74.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, х. ч., предварительно прокаленный до постоянной массы в муфельной печи при 500—600°С, раствор концентрации c (NaCl) = 0,1 моль/дм³ или фиксанал.

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459—75, х. ч., водный раствор с массовой долей хромовокислого калия 5%.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76 или фильтры обеззоленные («белая лента» или «красная лента»).

Картон асбестовый.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Примечание. Допускается использовать аппаратуру, посуду и материалы другого типа с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Подготовка навесок для определения массовой доли веществ, растворимых в спирте

Среднюю пробу порошкообразного моющего средства расти-

рают в ступке. Навеску растертого порошка массой (2,0±0,5) г помещают в коническую колбу со шлифом вместимостью 250 см³, прибавляют 8 см³ нагретой до кипения воды и растворяют.

Навеску пасты массой (2,0±0,5) г (для паст с массовой долей триполифосфата натрия менее 10%, масса навески (5,0±0,5) г) помещают в коническую колбу со шлифом вместимостью 250 см³, прибавляют 7 см³ нагретой до кипения воды и растворяют.

Навеску жидкого моющего средства массой (4,5±0,5) г помещают в коническую колбу со шлифом вместимостью 250 см³.

Результаты взвешивания навесок записывают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака.

3.2. Приготовление раствора железоаммонийных квасцов

В 100 см³ воды, нагретой до кипения, растворяют (50,0±0,1) г хорошо измельченных квасцов. Раствор охлаждают. При этом часть квасцов выкристаллизовывается. Выпавшие кристаллы отделяют фильтрованием или декантацией.

Для уменьшения гидролиза цилиндром добавляют 5 см³ концентрированной азотной кислоты.

3.3. Приготовление раствора хромовокислого калия

К навеске хромовокислого калия массой (5,0±0,1) г приливают 95 см³ воды. Раствор тщательно перемешивают.

3.4. Приготовление раствора азотнокислого серебра концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм³

Раствор азотнокислого серебра готовят из фиксанала или навески азотнокислого серебра.

Навеску азотнокислого серебра массой (16,980±0,003) г растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем раствора до метки водой и тщательно перемешивают.

Раствор азотнокислого серебра хранят в банке из темного стекла или в склянке, закрытой темной бумагой.

3.5. Приготовление раствора хлористого натрия концентрации c (NaCl) = 0,1 моль/дм³

Раствор хлористого натрия готовят из фиксанала или из навески хлористого натрия.

Навеску хлористого натрия массой (5,8443±0,0005) г растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем раствора до метки водой и тщательно перемешивают.

3.6. Приготовление раствора роданистого аммония концентрации c (NH_4SCN) = 0,1 моль/дм³

Раствор роданистого аммония готовят из фиксанала или из навески роданистого аммония.

Навеску роданистого аммония массой (7,612±0,003) г раство-

ряют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем раствора до метки водой и тщательно перемешивают.

3.7. Определение коэффициента поправки раствора азотнокислого серебра концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм³ по хлористому натрию по ГОСТ 25794.3—83.

3.8. Определение коэффициента поправки раствора роданистого аммония концентрации c (NH_4SCN) = 0,1 моль/дм³ по азотнокислому серебру по ГОСТ 25794.3—83.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЙ

4.1. Определение массовой доли веществ, растворимых в этиловом спирте

Для определения массовой доли веществ, растворимых в этиловом спирте, в порошкообразных и пастообразных моющих средствах в коническую колбу вместимостью 250 см³ с навеской испытуемого средства, подготовленной согласно п. 3.1, цилиндром прибавляют 130 см³ 96%-ного спирта небольшими порциями при энергичном перемешивании и тщательном измельчении палочкой выпадающего осадка.

Для определения массовой доли веществ, растворимых в этиловом спирте, в жидких синтетических моющих средствах в коническую колбу со шлифом вместимостью 250 см³ с навеской испытуемого средства, подготовленной согласно п. 3.1, цилиндром небольшими порциями при энергичном перемешивании прибавляют 90 см³ 96%-ного спирта.

Колбу присоединяют к обратному холодильнику и кипятят на водяной бане 30 мин. Спиртовой раствор декантируют в мерную колбу вместимостью 200 см³ через фильтр таким образом, чтобы осадок не попадал на фильтр. Время отстаивания при декантации должно составлять не менее 5 мин.

Экстракцию повторяют еще один раз при определении поверхностно-активных веществ в порошкообразных и пастообразных синтетических моющих средствах и три раза при определении поверхностно-активных веществ в жидких моющих средствах, расходуя по 20 см³ 96%-ного спирта и нагревая содержимое колбы 5—10 мин. Затем раствор с осадком фильтруют в ту же мерную колбу, тщательно промывают осадок в колбе и на фильтре три раза горячим 96%-ным спиртом порциями по 20 см³. Доводят объем раствора до метки спиртом и перемешивают. Отбирают пипеткой 50 см³ полученного спиртового экстракта, помещают в фарфоровую чашку, доведенную до постоянной массы, и полностью упаривают спирт на электроплитке, покрытой асбестовым картоном и вставкой для эксикатора при температуре (90±5)°С или на кипящей водяной бане.

Остаток в чашке высушивают в сушильном шкафу при температуре (80±5) °С.

При испытаниях порошкообразных синтетических моющих средств, изготовленных на основе сульфонатов, высушивание остатка допускается проводить при температуре 100—105°С.

Первое взвешивание проводят через 30 мин высушивания, последующие — через 15 мин. Высушивание заканчивают при изменении массы между двумя последующими взвешиваниями не более, чем на 0,002 г.

4.2. Определение массовой доли хлористого натрия

В коническую колбу отбирают пипеткой 20 см³ спиртового экстракта, полученного по п. 4.1, добавляют 25—30 см³ воды и 5 см³ раствора азотной кислоты 1 : 1.

Затем из бюретки приливают 5 см³ раствора азотнокислого серебра, добавляют 2 см³ раствора железоаммонийных квасцов и 3 см³ хлороформа или четыреххлористого углерода. Избыток азотнокислого серебра оттитровывают раствором роданистого аммония до появления коричнево-розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

Примечание. Для синтетических моющих средств, содержащих биодобавки, определяют массовую долю суммы хлористого натрия и хлористого кальция аналогичным способом.

4.3. Определение массовой доли веществ, растворимых в петролейном эфире или *н*-гексане

Навеску синтетического моющего средства массой (30±10) г (в зависимости от количества веществ, растворимых в петролейном эфире или *н*-гексане, масса которых в пробе должна быть не менее 0,1 г) помещают в колбу или химический стакан вместимостью 250 см³, растворяют в 48 см³ воды и прибавляют небольшими порциями при энергичном перемешивании 52 см³ 96%-ного этилового спирта. Раствор нагревают на водяной бане до 30—35°С, охлаждают до комнатной температуры и переливают в мерный цилиндр с притертой пробкой.

Допускается использовать отогнанный спирт, полученный по п. 4.1, после предварительной перегонки экстракта спирторастворимых веществ.

Колбу или химический стакан промывают 15 см³ 50%-ного спирта, который сливают в цилиндр, а затем ополаскивают колбу небольшим количеством петролейного эфира, который сливают также в цилиндр. Затем в цилиндр приливают 50 см³ эфира, закрывают пробкой, перемешивают и оставляют стоять до тех пор, пока слой эфира не станет прозрачным. Открывают пробку, обмывают ее небольшим количеством эфира и вставляют в цилиндр пробку с сифонной трубкой. Конец сифонной трубки в цилиндре устанавливают на 1—2 мм выше отметки границы раздела фаз, чтобы при сливе не переливался нижний слой. Эфирный слой сли-

вают в делительную воронку, создавая давление в цилиндре при помощи резиновой груши. После слива эфирного слоя пробку с сифонной трубкой приподнимают, следя за тем, чтобы остатки жидкости полностью стекали в цилиндр и в делительную воронку, и помещают ее на кольцо штатива.

Экстракцию повторяют еще три раза (порциями по 25 см³ эфира). Собранные эфирные вытяжки промывают в делительной воронке 50%-ным спиртом три раза порциями по 20 см³ и фильтруют в доведенную до постоянной массы колбу вместимостью 250 см³ через двойной бумажный фильтр, на который предварительно помещают 4—5 г прокаленного сернокислого натрия.

Осадок на воронке промывают эфиром, эфир отгоняют на водяной бане при температуре (80±5)°С, а остаток в колбе высушивают в сушильном шкафу при температуре (60±5)°С.

Первое взвешивание проводят через 1 ч, последующие — через 30 мин. Высушивание заканчивают при изменении массы между двумя последними взвешиваниями не более, чем на 0,002 г.

При отсутствии мерного цилиндра с притертой пробкой испытание проводят в делительной воронке. При этом мешающие определению нерастворившиеся минеральные соли отфильтровывают перед перенесением навески в делительную воронку. Воронку с осадком промывают спиртом, подсушивают при комнатной температуре и промывают эфиром.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю поверхностно-активных веществ (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = X_1 - X_2 - X_3, \qquad (1)$$

где X_1 — массовая доля веществ, растворимых в этиловом спирте, %;

X_2 — массовая доля хлористого натрия или хлористого кальция, %;

X_3 — массовая доля веществ, растворимых в петролейном эфире или *н*-гексане, %.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,5 %.

Пределы допускаемого значения суммарной погрешности результата испытания ±0,74 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Массовую долю веществ, растворимых в этиловом спирте (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_0) \cdot 200 \cdot 100}{(m_2 - m_1) \cdot 50}, \qquad (2)$$

где m_1 — масса чашки с остатком после высушивания до постоянной массы, г;

m_2 — масса чашки после высушивания до постоянной массы, г;

m_3 — масса колбы с навеской испытуемого средства, г;

m_4 — масса колбы, г;

200 — объем спиртового экстракта в колбе, см^3;

50 — объем спиртового экстракта, взятый для удаления спирта, см^3.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,5%.

Пределы допускаемого значения суммарной погрешности результата испытания ±0,5% при доверительной вероятности $P=0,95$.

Массовую долю хлористого натрия (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2=\frac{(V_1\cdot K_1-V_2\cdot K_2)\cdot 0,1\cdot 58,444\cdot 200\cdot 100}{20\cdot(m_3-m_4)\cdot 1000}, \qquad (3)$$

где V_1 — объем раствора азотнокислого серебра, взятый для титрования, см^3;

V_2 — объем раствора роданистого аммония, израсходованный на титрование пробы, см^3;

K_1 — коэффициент поправки раствора азотнокислого серебра;

K_2 — коэффициент поправки раствора роданистого аммония;

58,444 — молекулярная масса хлористого натрия, г.

Примечание. При определении массовой доли суммы хлористого натрия и хлористого кальция в синтетических моющих средствах, содержащих биодобавки, берут среднюю молекулярную массу, вычисленную исходя из доли вклада каждого компонента в рецептуру синтетического моющего средства;

m_3 — масса колбы с навеской испытуемого средства, г;

m_4 — масса колбы, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,1%.

Пределы допускаемого значения суммарной погрешности результата испытания ±0,19% при доверительной вероятности $P=0,95$.

Массовую долю веществ, растворимых в петролейном эфире или *н*-гексане (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3=\frac{(m_5-m_6)\cdot 100}{m_7-m_6}, \qquad (4)$$

где m_5 — масса колбы с остатком после высушивания до постоянной массы, г;

m_6 — масса колбы после высушивания до постоянной массы, г;

m_7 — масса колбы с навеской испытуемого средства, г;

m_8 — масса колбы, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,2 %.

Пределы допускаемого значения суммарной погрешности результата испытания ±0,18 % при доверительной вероятности $P=0,95$.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством химической промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Е. В. Рыльцев, канд. хим. наук (руководитель темы); **Л. И. Маковецкая**, канд. хим. наук; **С. П. Волосович**; **Г. В. Заднепряная**; **Н. А. Котенок**; **Г. И. Ярынич**; **Н. М. Арбузова**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.12.87 № 4839

3. Срок первой проверки 1993 г. Периодичность проверки 5 лет

4. **ВЗАМЕН** ГОСТ 22567.6—77

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 1277—75	Разд. 2	ГОСТ 12026—76	Разд. 2
ГОСТ 1770—74	Разд. 2	ГОСТ 14919—83	Разд. 2
ГОСТ 2823—73	Разд. 2	ГОСТ 18300—87	Разд. 2
ГОСТ 4166—76	Разд. 2	ГОСТ 20015—74	Разд. 2
ГОСТ 4205—77	Разд. 2	ГОСТ 20288—74	Разд. 2
ГОСТ 4233—77	Разд. 2	ГОСТ 20292—74	Разд. 2
ГОСТ 4328—77	Разд. 2	ГОСТ 22567.1—77	1.1
ГОСТ 4459—75	Разд. 2	ГОСТ 24104—80	Разд. 2
ГОСТ 4461—77	Разд. 2	ГОСТ 24363—80	Разд. 2
ГОСТ 5072—79	Разд. 2	ГОСТ 25336—82	Разд. 2
ГОСТ 5850—72	Разд. 2	ГОСТ 25794.3—83	3.8
ГОСТ 6709—72	Разд. 2	ГОСТ 27067—86	Разд. 2
ГОСТ 9147—80	Разд. 2		

Редактор *Т. П. Шашина*
Технический редактор *М. И. Максимова*
Корректор *В. М. Смирнова*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в печ 02.03.88 0,75 усл. п. л 0,75 усл. кр.-отт. 0,61 уч.-изд. л. Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1720