УДК 648.58 : 661.185 : 543.06 : 006.354 Группа У29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СРЕДСТВА МОЮЩИЕ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

Методы определения содержания силиката натрия

Synthetic detergents. Methods for determination of sodium silicate

ГОСТ 22567.8—77*

ОКСТУ 2309

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 2 июня 1977 г. № 1412 срок введения установлен

с 01.07.78

Проверен в 1982 г. Постановлением Госстандарта от 03.03.83 № 1087 срок действия продлен

до 01.07.88

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на порошкообразные и пастообразные синтетические моющие средства и устанавливает колориметрический и весовой методы определения содержания силиката натрия в пересчете на двуокись кремния.

Сущность колориметрического метода состоит в получении окрашенного комплексного соединения иона силиката с молибденовокислым аммонием и определении оптической плотности полученного окрашенного комплекса.

Сущность весового метода состоит в осаждении кремниевой кислоты, прокаливании осадка и взвешивании образовавшейся двуокиси кремния.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб — в соответствии с разд. 1 ГОСТ 22567.1—77.

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Весы лабораторные аналитические 1-го или 2-го класса точности.

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56 или другой аналогичной конструкции.

Плитка электрическая.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

* *Переиздание (март 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в марте 1983 г. (ИУС 6—83).*

gost.e-ecolog.ru

Стаканы химические по ГОСТ 10394—72, вместимостью 100, 600, 1000 см³.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100, 500, 1000 см³.

Воронки стеклянные по ГОСТ 8613—75, типа 1а.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770—74.

Пипетки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 1, 5, 10 и 20 см³.

Палочки стеклянные.

Печь муфельная.

Стекла часовые.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147—80, высокие.

Баня песочная.

Термометр стеклянный П 61 по ГОСТ 2823—73.

Часы.

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4168—79, х.ч. или ч.д.а.

Асбест.

Перхлорат калия или натрия.

Натрий кремнекислый по ГОСТ 4239—77.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, 10%-ный раствор.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, 10%-ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор 1:4 и раствор плотностью 1,835 г/см³.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, 0,1 н. раствор.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180—76.

Марганец сернокислый по ГОСТ 435—77.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77.

Фильтры беззольные розовая или белая лента.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Приготовление стандартного раствора

Навеску силиката натрия с массой SiO_2 около 0,1 г, взятую с погрешностью не более 0,0002 г, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют в воде и доводят объем раствора водой до метки.

Раствор не должен содержать взвешенного твердого вещества.

Полученный раствор следует хранить в полиэтиленовой посуде.

3.2. Приготовление раствора смеси щавелевой кислоты и сернокислого марганца

В мерной колбе вместимостью 100 см³ растворяют 10 г щевелевой кислоты и 1 г сернокислого марганца, взвешенные с погреш-

ностью не более 0,0002 г, в 60 см³ воды при 60°С, добавляют 20 см³ раствора серной кислоты, доводят объем раствора водой до метки.

3.3. Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения

В мерные колбы вместимостью 100 см³ наливают 1, 2, 3, 4 и 5 см³ стандартного раствора силиката натрия, объем раствора доводят водой до 50 см³, добавляют 1 см³ раствора серной кислоты и 5 см³ раствора молибденовокислого аммония. Смесь тщательно перемешивают и дают развиться окраске в течение 3 мин. Затем добавляют 5 см³ раствора лимонной кислоты и доводят объем раствора водой до 100 см³. Параллельно готовят контрольный раствор. В мерную колбу 100 мл наливают примерно 50 см³ воды, 1 см³ раствора серной кислоты, 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, 5 см³ раствора лимонной кислоты и доводят объем раствора водой до метки.

Оптическую плотность растворов сравнения измеряют на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром при длине волны 413—453 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм через 5 мин, считая с момента разбавления.

По полученным данным строят градуировочный график.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЙ

4.1. Определение содержания силиката натрия колориметрическим методом в пастах и порошках без перекисных солей

Для проведения испытания синтетических моющих средств с массовой долей SiO_2 до 4% берут навеску массой 1 г; для средств с массовой долей SiO_2 более 4% берут навеску массой 0,5 г.

Погрешность взвешивания не более 0,0002 г.

Навеску синтетического моющего средства помещают в стакан вместимостью 600 см³, прибавляют 300 см³ горячей воды (температура 90—95°С), нагревают на водяной бане, периодически помешивая стеклянной палочкой до полного растворения (для лучшего растворения добавляют 2—3 г едкого натра).

Раствор охлаждают до комнатной температуры (18—20°С), переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят объем раствора водой до метки. Аликвотную часть раствора отбирают в количестве 10 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят объем раствора водой до 50 см³, добавляют 1 см³ раствора серной кислоты, 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, тщательно перемешивают и дают развиться окраске в течение 3 мин. Затем добавляют 5 см³ раствора лимонной кислоты, перемешивают и доводят объем раствора водой до 100 см³. Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют через

5 мин, считая с момента разбавления, по отношению к контрольному раствору.

4.2. Определение содержания силиката натрия колориметрическим методом в порошках с перекисными солями

Навеску порошка массой около 1 г, взятую с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в стакан вместимостью 600 см³, прибавляют 300 см³ горячей воды (температура 90—95°С), нагревают на водяной бане, периодически помешивая до полного растворения порошка (для лучшего растворения порошка добавляют 2—3 г едкого натра).

Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят водой до метки. Отбирают аликвотную часть раствора в количестве 10 см³ и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Объем раствора доводят водой до 50 см³, добавляют 1 см³ раствора серной кислоты и по каплям добавляют раствор марганцовокислого калия до слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 1 мин при перемешивании. Затем по каплям добавляют раствор щавелевой кислоты и сернокислого марганца до исчезновения бледно-розовой окраски раствора и 5 см³ молибденовокислого аммония.

Раствор тщательно перемешивают и дают развиться окраске в течение 3 мин, затем добавляют 5 см³ раствора лимонной кислоты, перемешивают и доводят объем раствора до 100 см³.

Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют через 5 мин, считая с момента разбавления, по отношению к контрольному раствору, к которому добавляют раствор марганцовокислого калия и раствор смеси щавелевой кислоты и сернокислого марганца в таком количестве, в каком они были добавлены к испытуемому раствору.

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.3. Определение содержания силиката натрия весовым методом в порошках с биодобавками

В стакан наливают 50 см³ серной кислоты, добавляют при осторожном перемешивании около 2,5 г испытуемого порошка, взвешенного с погрешностью не более 0,001 г, и около 2,5 г азотнокислого натрия.

Стакан накрывают часовым стеклом и нагревают 40—50 мин на электроплитке, покрытой асбестом, или на песочной бане до тех пор, пока масса не станет светло-желтой и однородной. Если часть органических веществ плавает на поверхности, то добавляют еще 1 г азотнокислого натрия и вновь нагревают.

Температура нагревания должна быть 160—170°С.

Если раствор не станет светлым, то его охлаждают и добавляют около 1 г перхлората калия или натрия и вновь нагревают до получения светло-желтого раствора.

Затем раствор охлаждают, осторожно добавляют 100 см³ холодной дистиллированной воды (температура 15—30°С) и выделяющиеся окислы азота удаляют непродолжительным нагреванием раствора. Теплый раствор фильтруют через беззольный фильтр «розовая или белая лента», осадок переносят на этот же фильтр и промывают дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион SO_4^{--}. Фильтр с осадком подсушивают и переносят в фарфоровый тигель, прокаленный до постоянной массы, осторожно озоляют на плитке и прокаливают в муфельной печи при 800°С в течение 30 мин, затем охлаждают и взвешивают. Последующие взвешивания проводят через каждые 30 мин прокаливания до получения постоянной массы.

Примечание. Сжигание пробы серной кислотой и удаление окислов азота необходимо проводить под тягой.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю силиката натрия в пересчете на SiO_2 (X) в процентах, определяемую колориметрическим методом, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 10 \cdot 1000} = \frac{m_1 \cdot 5}{m},$$

где m_1 — масса силиката натрия в пересчете на SiO_2, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески синтетического моющего средства, г.

5.2. Массовую долю силиката натрия в пересчете на SiO_2 (X_1) в процентах, определяемую весовым методом, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_2 \cdot 100}{m},$$

где m — масса навески синтетического моющего средства, г;

m_2 — масса остатка после прокаливания, г.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,3%.

Разд. 5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

Изменение № 2 ГОСТ 22567.8—77 Средства моющие синтетические. Методы определения содержания силиката натрия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.09.87 № 3788

Дата введения 01.04.88

Наименование стандарта. Исключить слово: «содержания».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 2309.

По всему тексту стандарта заменить слово: «содержания» на «массовой доли».

Раздел 2 изложить в новой редакции:

«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.

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56М по ГОСТ 12083—78 или фотоэлектроколориметр любого другого типа, обеспечивающий измерение оптической плотности от 0 до 1,0.

Электроплитка закрытого типа по ГОСТ 14919—83.

Стаканы Н-1—150 ТХС, В-1—250 ТХС, В-1—600 ТХС, В-1—1000 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Колбы 1—100—2 или 2—100—2, 1—250—2 или 2—250—2, 1—500—2 или 2—500—2, 1—1000—2 или 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74.

Воронка В-56—80 ХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры 1—50 или 3—50, 1—100 или 3—100, 1—250 или 3—250 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 4—2—2, 7—2—5, 7—2—10, 2—2—50 по ГОСТ 20292—74.

Палочка стеклянная.

Печь муфельная.

Чашка фарфоровая 3 по ГОСТ 9147—80.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147—80, высокие.

Баня песчаная.

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

Секундомер С-1—2А по ГОСТ 5072—79.

Фильтры обеззоленные, «розовая или белая лента».

Асбест или асбестовая сетка.

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4168—79, х.ч. или ч.д.а. или калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77, х.ч. или ч.д.а.

Перхлорат калия или натрия, ч.

Натрий кремнекислый мета 9-водный по ГОСТ 4239—77, ч.д.а.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, ч.д.а., водный раствор с массовой долей 10 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х.ч. и раствор 1:4.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, ч.д.а. раствор концентрации $c(1/5\ KMnO_4) = 0{,}1$ моль/дм³ или фиксанал.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180—76, х. ч. и водный раствор с массовой долей 10 %.

Марганец (II) сернокислый 5-водный по ГОСТ 435—77, ч.д.а.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х.ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Примечание. Допускается использовать оборудование, посуду и материалы другого типа с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивы квалификации не ниже ч.д.а.».

Пункт 3.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Перед приготовлением стандартного раствора в силикате натрия определяют массовую долю двуокиси кремния (SiO_2) по ГОСТ 4239—77. Навеску силиката натрия с массой SiO_2 0,1 г переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют в

(Продолжение см. с. 404)

воде и доводят объем раствора водой до метки. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. 1 см³ полученного раствора должен содержать 0,2 мг SiO_2».

Пункт 3.2. Второй абзац изложить в новой редакции: «В мерной колбе вместимостью 100 см³ растворяют (10,000±0,005) г щавелевой кислоты и (1,000±0,005) г сернокислого марганца в 60 см³ воды при температуре (60±6) °С, добавляют 20 см³ раствора серной кислоты, доводят объем раствора водой до метки».

Пункт 3.3. Третий абзац. Заменить слово: «лимонной» на «щавелевой» (2 раза);

четвертый абзац изложить в новой редакции: «Оптическую плотность растворов сравнения измеряют по отношению к контрольному раствору на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром при длине волны 380—410 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм через 5 мин, считая с момента разбавления.

При использовании вместо фотоэлектроколориметра типа ФЭК-56М прибора с другими аналогичными характеристиками измерение следует проводить при длине волны, при которой наблюдается максимальное светопоглощение»;

дополнить абзацем: «Градуировочный график проверяется раз в две недели, а также по мере приготовления нового раствора молибденовокислого аммония».

Пункт 4.1. Третий-пятый абзацы изложить в новой редакции: «Результаты взвешивания навесок в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Навеску синтетического моющего средства помещают в стакан вместимостью 150 см³, добавляют 2—3 г гидроокиси натрия и 100 см³ горячей воды с температурой (94±6) °С. Стакан помещают на плитку, покрытую асбестом или асбестовой сеткой, и нагревают раствор с момента закипания 1—2 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой.

Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, тщательно промывая стакан 70—80 см³ горячей воды с температурой (80±6) °С, охлаждают до комнатной температуры и доводят объем раствора водой до метки. Отбирают аликвотную часть раствора в количестве 10 см³ для синтетических моющих средств с массовой долей SiO_2 до 4 % и 5 см³ для средств с массовой долей SiO_2 более 4 %, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят объем раствора водой до 50 см³, добавляют 1 см³ раствора серной кислоты, 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, тщательно перемешивают и дают развиться окраске в течение 3 мин, затем добавляют 5 см³ раствора щавелевой кислоты, перемешивают и доводят объем раствора водой до 100 см³.

Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют через 5 мин, считая с момента разбавления, по отношению к контрольному раствору».

Пункт 4.2. Первый абзац после слов «в порошках» дополнить словами: «и пастах»;

второй абзац изложить в новой редакции: «Для проведения испытания синтетических моющих средств с массовой долей SiO_2 до 4 % берут навеску массой 1,0 г (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), для средств с массовой долей SiO_2 более 4 % берут навеску массой 0,5 г (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Навеску синтетического моющего средства помещают в стакан вместимостью 150 см³, добавляют 2—3 г гидроокиси натрия и 100 см³ горячей воды с температурой (94±6) °С.

Стакан помещают на плитку, покрытую асбестом или асбестовой сеткой, и нагревают раствор с момента закипания 1—2 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой»;

третий абзац. Заменить слова: «Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят водой

(Продолжение см. с. 405)

до метки. Отбирают аликвотную часть раствора в количестве 20 см³ и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³» на «Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, тщательно промывая стакан 70—80 см³ горячей воды с температурой (80±6) °С, охлаждают до комнатной температуры и доводят объем раствора водой до метки.

Отбирают аликвотную часть раствора в количестве 10 см³ для синтетических моющих средств с массовой долей SiO_2 до 4 % и 5 см³ для средств с массовой долей SiO_2 более 4 % и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³»;

четвертый абзац. Заменить слово: «лимонной» на «щавелевой».

Пункт 4.8. Перый азац. Исключить слова: «в порошках с биодобавками»;

второй, третий абзацы изложить в новой редакции: «Навеску синтетического моющего средства массой 2,0—2,5 г (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака) помещают в стакан вместимостью 600 см³, приливают 50 см³ серной кислоты и добавляют 2,5 г азотнокислого калия или натрия.

Стакан накрывают фарфоровой чашкой, нагревают на плитке, покрытой асбестом, добавляя небольшими порциями азотнокислый калий или натрий, пока жидкость не станет бесцветной или светло-желтой и прозрачной»;

шестой абзац. Заменить слово: «беззольный» на «обеззоленный».

Раздел 5 изложить в новой редакции:

«5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю силиката натрия в пересчете на SiO_2 (X) в процентах, определяемую колориметрическим методом, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 250 \cdot 100}{(m_1 - m_2) \cdot V \cdot 1000}, \qquad (1)$$

(Продолжение см. с. 496)

где m — масса силиката натрия в пересчете на SiO_2, полученная по градуировочной кривой, мг;

m_1 — масса стакана с навеской, г;

m_2 — масса пустого стакана, г;

V — объем раствора, взятый для фотоэлектроколориметрирования, см³.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,3 %.

Пределы допускаемого значения суммарной погрешности результата испытания ±0,68 % при доверительной вероятности 0,95.

6.2. Массовую долю силиката натрия в пересчете на SiO_2 (X_1) в процентах, определяемую весовым методом, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_3 - m_4)}{(m_1 - m_2)} \cdot 100, \qquad (2)$$

где m_1 — масса стакана с навеской, г;

m_2 — масса пустого стакана, г;

m_3 — масса тигля с остатком после прокаливания, г;

m_4 — масса пустого тигля после прокаливания, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,3 %.

Пределы допускаемого значения суммарной погрешности результата испытания ±0,40 % при доверительной вероятности 0,95».

(ИУС № 1 1988 г.)

gost.e-ecolog.ru