

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СРЕДСТВА МОЮЩИЕ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ФОСФОРНОКИСЛЫХ СОЛЕЙ

ГОСТ 22567.7—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 фосфорнокислых солей

Synthetic detergents. Method for determination of mass percentage of phosphates

ГОСТ 22567.7—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 фосфорнокислых солей в пересчете на пятиокись фосфора.

Сущность метода состоит в гидролизе фосфорнокислых солей до ортофосфорной кислоты, получении окрашенного комплексного соединения этой кислоты с молибдат-ванадатом аммония и определении оптической плотности полученного окрашенного раствора.

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.

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56 М — по ГОСТ 12083—78.

Плитка электрическая закрытого типа — по ГОСТ 14919—83.

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

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1988

Колбы I—100—2; 1—200—2; I—500—2; I—1000—2—по ГОСТ 1770—74.

Колбы Кн-2—100—18 ТХС; Кн-2—250—34 ТХС; Кн-2—250—50 ТХС; Кн-1—250—29/32 ТХС — по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры 3—100; 1—500 — по ГОСТ 1770—74.

Стакан В-1—250 ТХС — по ГОСТ 25336—82.

Пипетка 1—2—2; 2—2—10; 2—2—20; 2—2—25; 6—2—5 — по ГОСТ 20292—74.

Бюретка 2—2—25—0,05 — по ГОСТ 20292—74.

Воронка В-75—110 ХС — по ГОСТ 25336—82.

Чашка выпарительная 3 — по ГОСТ 9147—80.

Хлороформ технический — по ГОСТ 20015—74.

Калий фосфорнокислый однозамещенный — по ГОСТ 4198—75, х. ч.

Аммоний ванадиевокислый мета — по ГОСТ 9336—75, ч.д.а. или ч.

Аммоний молибденовокислый — по ГОСТ 3765—78, х. ч. или ч.д.а.

Калий азотнокислый — по ГОСТ 4217—77, ч.д.а или х. ч. или натрий азотнокислый — по ГОСТ 4168—79, ч.д.а. или аммоний азотнокислый — по ГОСТ 22867—77, х. ч.

Кислота серная — по ГОСТ 4204—77, ч.

Кислота азотная — по ГОСТ 4461—77, х.ч.

Фильтры обеззоленные «синяя лента».

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. Приготовление стандартного раствора

Для приготовления стандартного раствора фосфорнокислый калий предварительно высушивают в сушильном шкафу в течение 2 ч при (105±2)°С. После этого берут навеску высушенного фосфорнокислого калия массой 0,9584 г, записывая результат взвешивания в граммах с точностью до четвертого десятичного знака, помещают ее в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и растворяют в небольшом количестве воды. Затем прибавляют 2 см^3 хлороформа и доводят объем раствора водой до метки (1 см^3 раствора содержит 0,5 мг P_2O_5).

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

3.2. Приготовление раствора молибдат-ванадата аммония

Навеску молибденовокислого аммония массой (20,00±0,05) г помещают в химический стакан и растворяют в 200 см^3 воды, на-

гретой до 50°С. Полученный раствор охлаждают до комнатной температуры. В другой стакан помещают навеску ванадиевокислого аммония массой (1,00±0,05) г, растворяют в 100 см³ воды и добавляют пипеткой 10 см³ азотной кислоты. В мерную колбу вместимостью 1000 см³ приливают 500 см³ воды, 130 см³ азотной кислоты, затем добавляют при перемешивании растворы молибдата аммония и ванадата аммония. Полученный раствор тщательно перемешивают и доводят водой до метки. Раствор молибдат-ванадата аммония годен не более 15 сут.

3.3. Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения.

В мерные колбы вместимостью 100 см³ пипеткой вместимостью 5 см³ наливают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5 см³ стандартного раствора. В каждую колбу добавляют воды до 50 см³ и пипеткой или бюреткой добавляют 25 см³ раствора молибдат-ванадата аммония, доводят объем раствора до метки водой, тщательно перемешивают и оставляют стоять на 10 мин.

Параллельно готовят контрольный раствор, не содержащий P_2O_5.

В мерную колбу вместимостью 100 см³ наливают 50 см³ воды, пипеткой или бюреткой добавляют 25 см³ раствора молибдат-ванадата аммония и доводят объем 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.

По полученным данным строят градуировочный график.

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

Градуировочный график проверяется по мере приготовления нового раствора молибдат-ванадата аммония.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Определение по способу 1 (для синтетических моющих средств с массовой долей фосфорнокислых солей более 3%).

Осадок на фильтре переносят в колбу с осадком после экстракции спирторастворимых веществ по ГОСТ 22567.6—87 следующим образом: стеклянной палочкой прорывают фильтр на воронке и смывают осадок 100 см³ нагретой до кипения дистил-

лированной водой. Осадок в экстракционной колбе растворяют, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доводят объем раствора до метки водой и тщательно перемешивают.

Отбирают пипеткой в колбу 20 см^3 раствора, добавляют 60 см^3 воды и 15 см^3 азотной кислоты и кипятят 30 мин. Объем раствора поддерживают постоянным, добавляя воду. После охлаждения до комнатной температуры раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и разбавляют водой до метки.

Затем часть раствора фильтруют. В мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают раствор, полученный после фильтрования, объем (V_1) которого определяют по табл. 1 в зависимости от массовой доли фосфорнокислых солей в синтетическом моющем средстве, добавляют 20—30 см^3 воды и пипеткой или бюреткой 25 см^3 раствора молибдат-ванадата аммония. Объем раствора доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность испытуемого раствора по отношению к контрольному образцу.

4.2. Определение по способу 2

Навеску синтетического моющего средства массой 2,0—2,5 г для жидких моющих средств 3,0—5,0 г (результат взвешивания навески записывают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака) помещают в стакан или колбу вместимостью 250 см^3, приливают цилиндром 50 см^3 серной кислоты, накрывают часовым стеклом или фарфоровой чашкой и помещают на плитку, покрытую асбестом. Пробу сжигают в течение 0,5 ч, затем небольшими порциями добавляют азотнокислый калий или азотнокислый натрий, или азотнокислый аммоний, пока жидкость не станет бесцветной или слабо-желтой и прозрачной. Раствор охлаждают, осторожно добавляют цилиндром 100 см^3 воды и кипятят до удаления паров окислов азота. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят объем до метки водой и тщательно перемешивают. Часть раствора отфильтровывают. В мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают раствор, полученный после фильтрования, объем (V_1) которого определяют по табл. 1 в зависимости от массовой доли фосфорнокислых солей в синтетическом моющем средстве, доводят объем раствора до метки водой и тщательно перемешивают. Затем в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают полученный раствор, объем (V_2) которого определяют по табл. 1 аналогичным способом, добавляют 20—30 см^3 воды и пипеткой или бюреткой 25 см^3 раствора молибдат-ванадата аммония.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность испытуемого раствора по отношению к контрольному раствору.

Таблица 1

Массовая доля фосфорнокислых солей в пересчете на P_2O_5 в синтетическом моющем средстве, %	Объем раствора, см³	
	после фильтрования (V_1)	для измерения оптической плотности (V_2)
От 0,7 до 3,0 включ.	25	25
Св. 3,0 » 12,0 »	20	10
» 12,0 » 25,0 »	10	10

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю фосфорнокислых солей в пересчете на P_2O_5 (X) в процентах вычисляют по формуле

при определении по способу 1

$$X=\frac{C\cdot 200\cdot 500\cdot 100}{(m_1-m_2)\cdot 20\cdot 1000\cdot V_1},$$

при определении по способу 2

$$X=\frac{C\cdot 500\cdot 100\cdot 100}{(m_1-m_2)\cdot V_1\cdot 1000\cdot V_2},$$

где C — массовая доля фосфорнокислых солей в пересчете на P_2O_5, найденная по градуировочному графику, мг;

m_1 — масса колбы (стакана) с навеской синтетического моющего средства, г;

m_2 — масса колбы (стакана), г;

V_1 — объем раствора, отобранный после фильтрования, см³;

V_2 — объем раствора, отобранный для измерения оптической плотности фильтрата, см³.

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

Пределы допускаемой суммарной погрешности результата испытания при доверительной вероятности $P=0{,}95$ представлены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля фосфорнокислых солей в пересчете на P_2O_5 в синтетическом моющем средстве, %	Способ определения	Пределы допускаемой суммарной погрешности, %
От 0,7 до 3,0 включ.	2	±0,08
Св. 3,0 » 12,0 »	1 2	±0,24 ±0,72
» 12,0 » 25,0 »	1 2	±0,52

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; **Н. А. Котенок**; **Г. И. Ярынич**; **Н. М. Арбузова**; **Л. А. Ренькевич**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.12.87 № 4637**

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

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 22567.7—77**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 1770—74	Разд. 2
ГОСТ 3765—78	Разд. 2
ГОСТ 4168—79	Разд. 2
ГОСТ 4198—75	Разд. 2
ГОСТ 4204—77	Разд. 2
ГОСТ 4217—77	Разд. 2
ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 6709—72	Разд. 2
ГОСТ 9147—80	Разд. 2
ГОСТ 9336—75	Разд. 2
ГОСТ 12083—78	Разд. 2
ГОСТ 14919—83	Разд. 2
ГОСТ 20015—74	Разд. 2
ГОСТ 20292—74	Разд. 2
ГОСТ 22567.1—77	Разд. 1
ГОСТ 22567.6—87	4.1
ГОСТ 22867—77	Разд. 2
ГОСТ 24104—80	Разд. 2
ГОСТ 25336—82	Разд. 2

Редактор *Т. П. Шашина*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *Е. И. Морозова*

(gost.e-ecolog.ru
Тир. 8 000 одп. в печ. 29.02.88 0,5 усл. п. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,42 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. 1675