



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

СРЕДСТВА МОЮЩИЕ СИНТЕТИЧЕСКИЕМетод определения массовой доли
фосфорнокислых солейSynthetic 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.

Электродуховка сопротивления лабораторная с терморегулятором, обеспечивающая регулирование температуры от 50 до 250°C, с погрешностью $\pm 5^\circ\text{C}$, или сушильный шкаф, обеспечивающий аналогичное регулирование температуры.



Колбы 1—100—2; 1—200—2; 1—500—2; 1—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 «спинная 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 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$. 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 см³ и растворяют в небольшом количестве воды. Затем прибавляют 2 см³ хлороформа и доводят объем раствора водой до метки (1 см³ раствора содержит 0,5 мг P₂O₅).

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

3.2. Приготовление раствора молибдат-ванадата аммония

Навеску молибденовокислого аммония массой $(20,00 \pm 0,05)$ г помещают в химический стакан и растворяют в 200 см³ воды, на-

гретой до 50°C. Полученный раствор охлаждают до комнатной температуры. В другой стакан помещают навеску ванадиево-кислого аммония массой $(1,00 \pm 0,05)$ 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 P₂O₅.

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 I (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 см³, доводят объем раствора до метки водой и тщательно перемешивают.

Отбирают пипеткой в колбу 20 см³ раствора, добавляют 60 см³ воды и 15 см³ азотной кислоты и кипятят 30 мин. Объем раствора поддерживают постоянным, добавляя воду. После охлаждения до комнатной температуры раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и разбавляют водой до метки.

Затем часть раствора фильтруют. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают раствор, полученный после фильтрации, объем (V_1) которого определяют по табл. 1 в зависимости от массовой доли фосфорнокислых солей в синтетическом моющем средстве, добавляют 20—30 см³ воды и пипеткой или бюреткой 25 см³ 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 см³, приливают цилиндром 50 см³ 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 см³ воды и кипятят до удаления паров окислов азота. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят объем до метки водой и тщательно перемешивают. Часть раствора отфильтровывают. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают раствор, полученный после фильтрации, 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 см³ отбирают полученный раствор, объем (V_2) которого определяют по табл. 1 аналогичным способом, добавляют 20—30 см³ воды и пипеткой или бюреткой 25 см³ 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, см ³	
	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	$\pm 0,08$
Св. 3,0 » 12,0 »	1 2	$\pm 0,24$ $\pm 0,72$
» 12,0 » 25,0 »	1 2	$\pm 0,52$

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. Н. Морозова*

Сдано в наб. 11.01.88 Подп. в печ. 29.02.88 0,5 усл. л. и л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,42 уч.-изд. л.
Тир. 8 000 Цена 3 коп

Ордела «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6 Зак. 1675