

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 $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1$ моль/дм³ или фиксанал.

Кислота шавелевая 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 определять массовую долю двуокиси кремния (SiO₂) по ГОСТ 4239—77. Навеску силиката натрия с массой SiO₂ 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 SiO₂».

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 сернистого 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 кюветках 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 SiO₂ до 4 % и 5 см³ для средств с массовой долей SiO₂ 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 SiO₂ до 4 % берут навеску массой 1,0 г (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), для средств с массовой долей SiO₂ 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 SiO₂ до 4,1% и 5 см³ для средств с массовой долей SiO₂ более 4,1% и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³; четвертый абзац. Заменить слово: «лимонной» на «щавелевой».

Пункт 4.3. Первый абзац. 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 SiO₂ (X) в процентах, определяемую колориметрическим методом, вычисляют по формуле

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

(Продолжение см. с. 406)

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, см^3 .

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 $\pm 0,68$ % при доверительной вероятности 0,95.

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

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

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 $\pm 0,40$ % при доверительной вероятности 0,95».

(ИУС № 1 1988 г.)