ГОСТ Р 51023—97

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ТОВАРЫ БЫТОВОЙ ХИМИИ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРСОДЕРЖАЩИХ СОЕДИНЕНИЙ

Издание официальное

БЗ 9—96/373

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Техническим комитетом ТК 354 «Бытовая химия»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 29 января 1997 г. № 28

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1997

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Фотоколориметрический метод 2
4 Потенциометрический метод 7
Приложение А Библиография 10

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Товары бытовой химии

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРСОДЕРЖАЩИХ СОЕДИНЕНИЙ

Goods of household chemistry.
Methods for determination of phosphorus containing compounds

Дата введения 1998—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на товары бытовой химии (чистящие, отбеливающие, аппретирующие, подсинивающие, пятновыводящие и дезодорирующие средства) и устанавливает методы определения фосфорсодержащих соединений:

- потенциометрический метод, предназначенный для товаров бытовой химии, содержащих фосфорнокислые соли с массовой долей P_2O_5 от 2,0 до 15,0 % включительно и не содержащих в своем составе мел, каолин и абразив;
- фотоколориметрический метод, предназначенный для товаров бытовой химии, содержащих фосфорнокислые соли и другие соединения фосфора с массовой долей P_2O_5 от 2,0 до 40,0 % включительно.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 3765—78 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 4198—75 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9336—75 Реактивы. Аммоний ванадиевокислый мета. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 27025—86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29169—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

3 ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в переводе фосфорсодержащих соединений в желто-окрашенный фосфорнованадиевомолибденовый комплекс и фотометрическом измерении оптической плотности этого комплекса при длине волны λ = 430—450 нм относительно контрольного раствора, не содержащего P_2O_5.

3.2 Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

3.3 Аппаратура, материалы и реактивы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, обеспечивающий измерение оптической плотности в диапазоне длин волн от 430 до 450 нм.

Весы лабораторные общего назначения 2-го и 4-го классов точности по ГОСТ 24104 с наибольшими пределами взвешивания 200 г и 1 кг соответственно.

Баня водяная.

Часы.

Шкаф сушильный электрический, обеспечивающий поддержание температуры 100—105 °С.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 до 200 °С и ценой деления шкалы 2 °С по ГОСТ 28498.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Печь муфельная для лабораторных работ, обеспечивающая поддержание температуры 550—600 °С.

Эксикатор 2-140 по ГОСТ 25336 со вставкой 2-128 по ГОСТ 9147.

Кальций хлорид обезвоженный по нормативному документу [1] (приложение А), прокаленный при температуре 250—300 °С.

Стаканы В-1-250 ТХС и В-1-400 ТХС по ГОСТ 25336.

Стаканчик СВ-24/10 по ГОСТ 25336.

Воронка В-56-110 ХС по ГОСТ 25336.

Бюретка 1-3-2-10-0,05 по ГОСТ 29251.

Пипетки 1-2-1, 2-2-25 по ГОСТ 29169.

Пипетка 2-1-2-5 по ГОСТ 29227.

Колбы 1-100-2, 1-250-2, 1-500-2, 1-1000-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1-50-2, 1-250-2, 3-500-2 по ГОСТ 1770.

Фильтр обеззоленный по нормативному документу [2].

Тигель низкий 3 по ГОСТ 9147.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35 г/см^3.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных.

3.4 Подготовка к анализу

3.4.1 *Отбор пробы*

Отбор пробы — по нормативному документу на анализируемое средство.

Представительную пробу тщательно перемешивают.

3.4.2 *Подготовка пробы к анализу*

3.4.2.1 Для порошкообразных средств часть представительной пробы растирают в ступке до исчезновения гранул и комочков. Масса навески средства, объем мерной колбы и объем раствора средства, используемый для анализа, в зависимости от предполагаемой массовой доли фосфорсодержащих соединений, указаны в таблице 1.

Таблица 1

Массовая доля фосфорсодержащих соединений в пересчете на P_2O_5, в средстве, %	Масса навески m, г	Объем мерной колбы V, см^3	Объем раствора средства, используемый для анализа, V_1, см^3
От 2,0 до 5,0 включ.	1,0000—2,0000	250	5
Св. 5,0 » 25,0 »	1,0000—1,5000	250	От 1 до 5 включ.
» 25,0 » 40,0 »	1,0000—1,5000	500	» 1 » 2 »

Навеску взвешивают в стаканчике или тигле. Для средств, содержащих ортофосфаты, навеску взвешивают в стаканчике.

3.4.2.2 Способы обработки пробы

Способ 1 (для средств, содержащих окислители или органические компоненты с массовой долей P_2O_5 более 20 %)

Навеску средства взвешивают в тигле, озоляют на плитке и прокаливают в муфельной печи при температуре 550—600 °С в течение 1 ч.

После охлаждения до комнатной температуры тигель с содержимым помещают в стакан.

Способ 2 (для жидких средств, содержащих неионогенные поверхностно-активные вещества)

Навеску средства помещают в стакан, равномерно распределяя ее по дну стакана. Затем стакан с навеской помещают на кипящую водяную баню и выдерживают в течение 10—15 мин или сушат в сушильном шкафу при температуре 100—105 °С в течение 10—15 мин.

Стакан с пробой охлаждают до комнатной температуры. Далее обрабатывают по способу 3.

Способ 3 (для порошкообразных средств, содержащих неионогенные поверхностно-активные вещества)

Навеску средства помещают в стакан. Осторожно приливают 5 $см^3$ азотной кислоты, упаривают досуха на плитке с асбестом, не допуская разбрызгивания.

Затем стакан с содержимым прокаливают на плитке в течение 5 мин и охлаждают до комнатной температуры.

3.4,3 *Приготовление раствора массовой концентрации P_2O_5 1 мг/см^3*

4,00—5,00 г однозамещенного фосфорнокислого калия высушивают в сушильном шкафу при температуре 100—105 °С в течение 2 ч, затем охлаждают в эксикаторе в течение 40—50 мин. После этого взвешивают навеску однозамещенного фосфорнокислого калия массой 1,9170 г и помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. 1 $см^3$ приготовленного раствора содержит 1 мг P_2O_5. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде. Раствор пригоден в течение 1 года.

3.4.4 *Приготовление раствора массовой концентрации P_2O_5 0,25 мг/см^3*

Пипеткой отбирают 25 $см^3$ раствора, приготовленного по 3.4.3, помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. 1 $см^3$ приготовленного раствора содержит 0,25 мг P_2O_5.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде. Раствор пригоден в течение 2 мес.

3.4.5 *Приготовление реактива*

20,00 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 $см^3$ воды, нагретой до 50 °С.

1,00 г ванадиевокислого аммония растворяют в 300 $см^3$ воды, нагретой до 80 °С и добавляют 20 $см^3$ азотной кислоты.

После охлаждения растворов до комнатной температуры их переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, добавляют 120 $см^3$ азотной кислоты, перемешивают, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают. При необходимости фильтруют.

Хранят в банке из темного стекла. Раствор пригоден в течение 20 сут.

3.4.6 *Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика готовят растворы сравнения. Для этого в 7 мерных колб вместимостью 100 $см^3$ каждая последовательно вносят из бюретки 1; 2; 3; 4; 5; 6; 7 $см^3$ раствора,

приготовленного по 3.4.4, что соответствует 0,25; 0,50; 0,75; 1,00; 1,25; 1,50; 1,75 мг P_2O_5, добавляют 50 см^3 воды, 25 см^3 реактива и доводят объем раствора водой до метки. Растворы тщательно перемешивают. Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий P_2O_5.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность приготовленных растворов по отношению к контрольному раствору на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре при длине волны 430—450 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм. По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массу P_2O_5 в миллиграммах в растворах сравнения, а по оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности.

Градуировочный график проверяют не реже 1 раза в 10 дней, при расхождении данных корректируют график.

3.5 Проведение анализа

В стакан с пробой, приготовленной по одному из трех способов, указанных в 3.4.2.2, приливают 100 см^3 воды, 15 см^3 азотной кислоты и кипятят в течение 30 мин. При анализе средств, содержащих полифосфаты, навеску средства помещают в стакан, добавляют те же реактивы в тех же количествах и кипятят в течение 15 мин.

Раствор охлаждают.

Навеску средства, содержащего ортофосфаты, из стаканчика, а в других случаях охлажденный раствор количественно переносят в мерную колбу (объем колбы в соответствии с таблицей 1), доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Мутные растворы отстаивают или фильтруют, отбрасывая первые порции фильтрата.

Пипеткой отбирают полученный раствор (объем раствора — в соответствии с таблицей 1) и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3.

Добавляют 30 см^3 дистиллированной воды, 25 см^3 реактива, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора, как описано при построении градуировочного графика.

По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массу P_2O_5 в анализируемом растворе в миллиграммах.

3.6 Обработка результатов

Массовую долю фосфорсодержащих соединений в пересчете на P_2O_5 X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000}, \qquad (1)$$

где m_1 — масса P_2O_5, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем мерной колбы, см^3;

V_1 — объем раствора, используемый для анализа, см^3;

m — масса навески средства, г.

Результаты определений округляют до первого десятичного знака.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемые расхождения, указанные в таблице 2.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ указана в таблице 2.

Таблица 2

В процентах

Массовая доля фосфорсодержащих соединений в пересчете на P_2O_5	Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа	Допускаемое абсолютное расхождение между результатами двух параллельных определений
От 2,0 до 10,0 включ.	±0,3	0,3
Св. 10,0 » 25,0 »	±0,5	0,5
» 25,0 » 40,0 »	±0,6	0,6

4 ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

4.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в титровании ортофосфатов раствором гидроокиси натрия в определенном интервале pH.

Полифосфаты предварительно гидролизуют до ортофосфатов в кислой среде.

4.2 Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

4.3 Аппаратура, реактивы и растворы

Иономер, обеспечивающий измерение показателя активности водородных ионов от 0 до 12 pH с пределами допускаемого значения основной абсолютной погрешности 0,05 pH на узком поддиапазоне измерений.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Часы.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Мешалка магнитная.

Стакан В-1-250 ТХС по ГОСТ 25336.

Бюретка 1-3-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

Цилиндры 3-25-2 и 3-100-2 по ГОСТ 1770.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35 г/см^3 и раствор с массовой долей 20 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), приготовленный по ГОСТ 25794.1 и раствор с массовой долей 20 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных.

4.4 Подготовка к анализу

4.4.1 *Отбор пробы*

Отбор пробы — по нормативному документу на анализируемое средство.

Представительную пробу тщательно перемешивают.

4.4.2 *Подготовка пробы к анализу*

Для порошкообразных средств часть представительной пробы растирают в ступке до исчезновения гранул и комочков.

Навеску средства, содержащую 80—120 мг P_2O_5, взвешивают в стакане. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

4.5 Проведение анализа

4.5.1 *Средства, содержащие ортофосфаты*

4.5.1.1 Навеску средства растворяют в стакане в 100 см^3 воды и тщательно перемешивают. Стакан помещают на магнитную мешалку, опускают в него электроды иономера и анализируемый раствор нейтрализуют до pH 3,0—3,2 раствором азотной кислоты с массовой долей 20 %.

4.5.1.2 Объем анализируемого раствора доводят водой до 150 см^3 и нейтрализуют раствором гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 до pH точно 4,6.

Затем титруют этим же раствором гидроокиси натрия до pH 9,0. В конце титрование ведут медленно, тщательно перемешивая раствор.

4.5.2 *Средства, содержащие полифосфаты*

Навеску средства растворяют в стакане в 100 см^3 воды, тщательно перемешивают, добавляют 5 см^3 азотной кислоты (плотностью 1,35 г/см^3) и кипятят на электроплитке 10 мин.

После охлаждения стакан помещают на магнитную мешалку, опускают в него электроды иономера и нейтрализуют анализируемый раствор до pH 3,0—3,2 раствором гидроокиси натрия с массовой долей 20 % при постоянном перемешивании.

Титрование проводят, как указано в 4.5.1.2.

4.6 Обработка результатов

Массовую долю фосфорнокислых солей в пересчете на P_2O_5 X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 0{,}0071 \cdot 100}{m}, \qquad (2)$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование анализируемого раствора от 4,6 до 9,0 pH, см^3;

0,0071 — масса P_2O_5, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно c (NaOH) = =0,1 моль/дм^3, г;

m — масса навески средства, г.

Результаты определений округляют до первого десятичного знака.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемые расхождения, указанные в таблице 2.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа при доверительной вероятности P = 0,95 указана в таблице 2.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(информационное)

БИБЛИОГРАФИЯ

[1] ТУ 6—09—4711—81 Кальций хлорид обезвоженный (кальций хлористый) ч.
[2] ТУ 6—09—1678—86 Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя лента)

УДК 661.185.6.001.4:006.354 ОКС 71.040.40 У29 ОКСТУ 2309

Ключевые слова: товары бытовой химии, фосфорсодержащие соединения, потенциометрический метод, фотоколориметрический метод, пятиокись фосфора

Редактор *Л И Нахимова*
Технический редактор *В Н Прусакова*
Корректор *М С Кабашова*
Компьютерная верстка *В И Грищенко*

Изд лиц №021007 от 10 08 95 Сдано в набор 19 02 97 Подписано в печать 07 03 97
Усл печ л 0,93 Уч -изд л 0,73 Тираж 270 экз С261 Зак 196

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер , 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип "Московский печатник"
Москва, Лялин пер , 6