ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КРАСИТЕЛИ ОРГАНИЧЕСКИЕ

МЕТОД СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОГО ИСПЫТАНИЯ

ГОСТ 6965—75

Издание официальное

БЗ 2—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 668.8:543.42:006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КРАСИТЕЛИ ОРГАНИЧЕСКИЕ

Метод спектрофотометрического испытания

Organic dyestuffs. Method for the spectrophotometric test

ГОСТ 6965—75*

Взамен ГОСТ 6965—54

ОКСТУ 2460

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 10.11.75 № 2801 дата введения установлена

01.01.77

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт распространяется на органические красители и устанавливает метод спектрофотометрического испытания их в состоянии истинного или коллоидного прозрачного раствора. Метод предназначен для определения концентрации красителей по сравнению со стандартным образцом и определения спектрофотометрической характеристики стандартных образцов красителей.

Сущность метода заключается в измерении ослабления монохроматического светового потока в значениях оптической плотности (D_λ) при прохождении через раствор красителя с определенной концентрацией.

1. АППАРАТУРА И ПОСУДА

1.1. Для проведения спектрофотометрического испытания применяют.

- регистрирующий спектрофотометр СФ-18 или аналогичный, обеспечивающий измерение оптической плотности раствора в спектральной области 400 – 750 нм, а также регистрирующий спектрофотометр СФ-16 или аналогичный, обеспечивающий измерение оптической плотности в той же спектральной области с интервалом 5 нм;
- колбу 2—100—2 по ГОСТ 1770 – 74;
- колбу 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74;
- весы по ГОСТ 24104—88 общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Определение зависимости оптической плотности раствора красителя от концентрации

Готовят раствор красителя в объеме 1 дм^3, как указано в п. 2.2.

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0 и 20,0 см^3 приготовленного раствора красителя, объем раствора в каждой колбе доводят растворителем до метки и тщательно перемешивают.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

** Переиздание (август 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в ноябре 1980 г., сентябре 1986 (ИУС 1—81, 7—86)*

© Издательство стандартов, 1975
© ИПК Издательство стандартов, 1998

Оптические плотности приготовленных растворов измеряют, как указано в разд. 3, при длине волны, соответствующей максимуму светопоглощения. Затем строят график зависимости оптической плотности (D) от концентрации (C) в г/дм^3.

При зависимости оптической плотности раствора от концентрации, представляющей собой прямую линию, проходящую или непроходящую через начало координат, данный метод применим для любых концентраций раствора красителя, имеющих оптическую плотность 0,4–0,9.

Когда зависимость оптической плотности раствора от концентрации в интервале оптической плотности 0,4—0,9 представляет собой прямую линию только в некоторых пределах концентрации, метод применим только для тех концентраций раствора красителя, которые соответствуют прямолинейному участку.

Когда зависимость оптической плотности раствора от концентрации криволинейна, данный метод не применим для этого красителя.

2.2. Приготовление раствора красителя

2.2.1. Предварительно готовят раствор, содержащий 0,05 г красителя в 1 дм^3 растворителя с определением массы навески в граммах с точностью до второго десятичного знака. Применяемый растворитель должен быть указан в нормативно-технической документации на соответствующий краситель.

Для приготовленного раствора находят максимальное значение оптической плотности (D_{max}), как указано в разд. 3, при длине волны, соответствующей максимуму светопоглощения.

Навеску красителя (m) в граммах вычисляют с точностью до второго десятичного знака по формуле

$$m = \frac{0{,}7 \cdot 0{,}05 \cdot 10}{D_{max}},$$

где D_{max} — максимальное значение оптической плотности;
0,7 — задаваемая максимальная оптическая плотность;
0,05 — масса навески красителя, г;
10 — коэффициент, учитывающий последующее разбавление.

Пробу красителя, вычисленную как указано выше, взвешивают с определением массы навески в граммах с точностью до четвертого десятичного знака и растворяют в соответствующем растворителе в мерной колбе вместимостью 1 дм^3. Объем раствора в колбе доводят растворителем до метки и тщательно перемешивают. Полученный раствор разбавляют.

Если зависимость оптической плотности раствора от концентрации, определяемая по п. 2.1, представляет прямую линию, то полученный раствор разбавляют в 10 раз. Если же зависимость оптической плотности раствора от концентрации прямолинейна только в некоторых пределах концентрации, то коэффициент разбавления подбирают таким образом, чтобы концентрация раствора соответствовала прямолинейному участку.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2.2. Все отклонения от изложенного способа приготовления раствора красителя, а также температура растворения должны быть указаны в нормативно-технической документации на соответствующие красители.

При испытании водорастворимых красителей готовят раствор красителя в дистиллированной воде (ГОСТ 6709—72). Температура растворения 80—90 °С. Затем раствор охлаждают до 18—20 °С.

При испытании красителей, чувствительных к изменению среды, растворение красителя проводят как указано в п. 2.2.1, а последующее разбавление производят буферным раствором. Значение pH и состав буферного раствора должны быть указаны в нормативно-технической документации на соответствующие красители.

2.2.3. Раствор красителя должен быть прозрачен. Если краситель содержит нерастворимые примеси, то им дают осесть, после чего прозрачный раствор отделяют декантацией.

2.3. При испытании несветопрочных красителей приготовление раствора красителя и наполнение им кювет следует проводить без доступа прямых солнечных лучей. Хранят раствор в затемненном месте.

2.4. Раствор красителя должен испытываться непосредственно после приготовления. Если лучшая воспроизводимость измерения оптической плотности достигается только после определенного времени хранения раствора, то время хранения должно быть указано в нормативно-технической документации на соответствующий краситель.

2.5. При определении концентрации красителя растворы испытуемого красителя и стандартного образца должны иметь одинаковую концентрацию, и измерение оптической плотности их должно производиться при одинаковой толщине слоя раствора в кюветах.

2.6. Подготовку прибора к работе проводят по инструкции, прилагаемой к прибору.

Шкалу длин волн и шкалу оптических плотностей прибора необходимо периодически, но не реже одного раза в год проверять с помощью специальных светофильтров, прилагаемых к прибору.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Измеряют оптическую плотность раствора красителя, приготовленного по п. 2.2, на фотоэлектрическом спектрофотометре по инструкции, прилагаемой к прибору.

3.2. При работе на регистрирующих приборах оптическую плотность раствора красителя измеряют в интервале длин волн, указанных в паспорте прибора.

При работе на нерегистрирующих приборах измерение оптической плотности раствора красителя производят на участке спектра 400—750 нм, с интервалом 20 нм, а в области максимума светопоглощения — с интервалом 5 нм. Для красителей, имеющих один максимум светопоглощения в области 400 нм (желтые и некоторые зеленые), производят измерение в ближайшей ультрафиолетовой области, начиная с 320 нм. Отсчет оптической плотности производят с погрешностью не более 0,001.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3. В качестве раствора сравнения применяют растворитель, используемый для приготовления раствора красителя.

3.4. Для испытания применяют прямоугольные кюветы. Кюветы для раствора красителя и раствора сравнения должны иметь одинаковое светопропускание и толщину поглощающего свет слоя жидкости 10 мм.

3.5. Измерение оптической плотности раствора красителя производят при 18—25 °С.

При испытании красителей, светопоглощение которых сильно зависит от температуры, температура при которой производят измерение оптической плотности раствора должна быть указана в нормативно-технической документации на эти красители.

3.6. Производят измерение оптической плотности не менее двух растворов, приготовленных из отдельных навесок красителя.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Построение спектрофотометрической кривой

4.1.1. При работе на нерегистрирующих приборах.

Из полученных по разд. 3 значений оптической плотности вычисляют среднее арифметическое для каждой заданной длины волны. По полученным данным строят спектрофотометрическую кривую, откладывая по оси абсцисс длины волн (λ) в нанометрах в направлении возрастания, а по оси ординат — соответствующее им среднее значение оптической плотности (D_λ).

Масштаб по оси абсцисс: 10 мм = 20 нм, по оси ординат: 10 мм = 0,1 D_λ. Нанесенные точки соединяют кривой.

4.1.2. При работе на регистрирующих приборах спектрофотометрическая кривая записывается автоматически.

4.2. Концентрацию испытуемого красителя по сравнению со стандартным образцом (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{b \cdot 100}{a},$$

где b — сумма оптических плотностей для испытуемого красителя;

a — сумма оптических плотностей для стандартного образца.

Для красителей, обладающих избирательным светопоглощением, т. е. дающих кривую с явно выраженным максимумом светопоглощения, концентрацию вычисляют по значению оптической плотности при длине волны, соответствующей максимуму светопоглощения. Если максимум светопоглощения «размыт», то в расчет принимают значения оптических плотностей в интервале длин волн на расстоянии 30 нм по обе стороны максимума светопоглощения. Пример расчета концентрации красителя указан в приложении.

Для красителей специального назначения (например, фильтровых, противоореольных) концентрацию вычисляют по результатам измерений в более узком интервале длин волн. Интервал длин волн должен быть указан в нормативно-технической документации на эти красители.

Для красителей, светопоглощение которых мало избирательно, т. е. дающих кривую, не имеющую явно выраженного максимума светопоглощения (серые, черные, хаки, коричневые, оливковые), концентрацию рассчитывают по сумме оптических плотностей в интервале длин волн всего измеряемого спектра.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.3. Среднее квадратическое отклонение результата измерения оптической плотности (σ) вычисляют по формуле

$$\sigma = \sqrt{\frac{\Sigma (\Delta^i D_\lambda)^2}{n-1}},$$

где n — число точек спектра, для которых производились измерения оптической плотности;

$\Delta^i D_\lambda$ — абсолютное значение разностей оптической плотности для каждой длины волны, где i — номер раствора;

$$\Delta^i D_\lambda = D_{\lambda ср} - D_\lambda^i,$$

где $D_{\lambda ср}$ — среднее арифметическое значение оптической плотности для каждой длины волны;

D_λ^i — оптическая плотность раствора для каждой длины волны.

При расчете среднего квадратического отклонения результата измерения оптической плотности не принимают в расчет длины волн, для которых оптическая плотность меньше 0,2.

При работе на регистрирующих приборах среднее квадратическое отклонение результата измерения оптической плотности должно быть не более 0,010.

Среднее квадратическое отклонение результата измерения оптической плотности должно быть не более 0,010, что соответствует допустимому отклонению концентрации испытуемого красителя от концентрации стандартного образца ± 2%.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4. **(Исключен, Изм. № 2).**

ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

ПРИМЕР РАСЧЕТА КОНЦЕНТРАЦИИ КРАСИТЕЛЯ

Результаты измерения оптической плотности растворов испытуемого красителя и стандартного образца, имеющих максимум светопоглощения при $\lambda = 530$ нм, даны в таблице.

Длина волны (λ), нм	Оптическая плотность раствора (D_λ)	
	стандартного образца	испытуемого красителя
500	0,660	0,695
520	0,690	0,700
530	0,700	0,720
540	0,680	0,705
560	0,650	0,680
Сумма оптических плотностей	3,380	3,500

Концентрацию испытуемого красителя по сравнению со стандартным образцом (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{3{,}500 \cdot 100}{3{,}380} = 103{,}5 .$$

Редактор *В. Н. Копысов*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Н. И. Гаврищук*
Компьютерная верстка *Т. Ф. Кузнецовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 14.08.98. Подписано в печать 10.09.98. Усл. печ. л 0,93. Уч.-изд. л. 0,48.
Тираж 145 экз. С/D 361. Зак. 88.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Калужской типографии стандартов на ПЭВМ.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru