УДК 667.622.001.4:006.354 Группа Л19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОБЩИЕ МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ ПИГМЕНТОВ И НАПОЛНИТЕЛЕЙ

Определение водорастворимых сульфатов, хлоридов и нитратов

ГОСТ 21119.11—92

(ИСО 787-13—73)

General methods of test for pigments and extenders. Determination of water-soluble sulphates, chlorides and nitrates

ОКСТУ 2320

Дата введения 01.01.93

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на пигменты и устанавливает метод определения водорастворимых сульфатов, хлоридов и нитратов.

Дополнительные требования, отражающие потребности экономики страны, выделены курсивом.

2. РЕАКТИВЫ

Все применяемые реактивы должны быть квалификации ч.д.а. При определении следует применять дистиллированную воду *по ГОСТ 6709* или воду эквивалентной чистоты.

2.1. Кислота соляная по ГОСТ 3118, ρ 1,18.

2.2. Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, 0,01 моль/г титрованный раствор.

2.3. Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор 17,2 мг/дм^3.

2.4. Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 200 г/дм^3.

2.5. Барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор 50 г/дм^3.

2.6. Калий хромовокислый по ГОСТ 4459, раствор 50 г/дм^3.

2.7. Сплав Деварда порошкообразный.

2.8. Реактив Несслера, приготовленный одним из указанных методов:

а) растворяют 5 г йодида калия в 3,5 см^3 воды. Добавляют при перемешивании холодный насыщенный раствор хлористой ртути ($HgCl_2$) до образования незначительного красного осадка. Продолжая перемешивание, добавляют 40 см^3 раствора гидроокиси калия (500 г/дм^3), разбавляют до 100 см^3, тщательно перемешивают, оставляют для выпадения осадка, декантируют верхний прозрачный слой жидкости и хранят его в темноте;

б) растворяют 3,5 г йодида калия и 1,25 г хлористой ртути в 80 г воды. Добавляют при перемешивании холодный насыщенный раствор хлористой ртути до тех пор, пока не исчезает светло-красный осадок, затем добавляют 12 г гидроокиси натрия, встряхивают до растворения, добавляют еще немного насыщенного раствора хлористой ртути и разбавляют водой до 100 см^3 Периодически взбалтывают содержимое в течение нескольких дней, отстаивают и используют для испытания прозрачный верхний слой жидкости.

3. АППАРАТУРА

3.1. Тигель из спеченного кварца пористостью П10 или П16 (размер пор 4—16 мкм).

3.1а. *Тигель фарфоровый по ГОСТ 9147.*

3.2. Цилиндр Несслера вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 1770.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1992
© ИПК Издательство стандартов, 1999

gost.e-ecolog.ru

3.3. Дистилляционный аппарат.

3.4. *Фильтр «синяя лента».*

3.5. *Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.*

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

3.7. *Электропечь, обеспечивающая температуру нагрева (800±20) °С.*

4. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб для испытания проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 9980.2*.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СУЛЬФАТОВ

5.1. Проведение испытания

Отбирают 50 см^3 прозрачного водного экстракта, полученного по ГОСТ 21119.2 (методом горячей или холодной экстракции), подкисляют 3 см^3 соляной кислоты и кипятят раствор при сильном нагревании, не допуская разбрызгивания. В горячий раствор добавляют по каплям небольшой избыток раствора хлористого бария и оставляют раствор на ночь. *Раствор декантируют через фильтр, осадок количественно переносят на фильтр и промывают горячей водой до полного удаления хлорида. Фильтр с осадком перемещают в предварительно взвешенный фарфоровый тигель,* слегка озоляют, после чего нагревают до красного каления, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 1 мг.

5.2. Обработка результатов

Содержание водорастворимых сульфатов в пересчете на SO_4 в процентах по массе вычисляют по формуле

$$\frac{206 \cdot m_1}{m_0},$$

где m_0 — масса пигмента, использованная для определения вещества, растворимого в воде, г;

m_1 — масса осадка сульфата бария, г.

Записывают результат с точностью до второго десятичного знака.

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРИДОВ

6.1. Проведение испытания

Отбирают 50 см^3 прозрачного водного экстракта, полученного по ГОСТ 21119.2 (методом горячей или холодной экстракции), добавляют 1 см^3 раствора хромовокислого калия. Титруют раствором азотнокислого серебра, энергично встряхивая до появления неисчезающего красновато-коричневого окрашивания.

Проводят контрольный опыт, добавляя 1 см^3 раствора хромовокислого калия к 50 см^3 воды и титруют раствором азотнокислого серебра до получения такой же окраски раствора, как при первом титровании, не обращая внимания на возможную опалесценцию или помутнение.

6.2. Обработка результатов

Содержание водорастворимых хлоридов в пересчете на Cl в процентах по массе вычисляют по формуле

$$0{,}1775 \frac{V_1 - V_0}{m},$$

где V_0 — объем 0,01 моль/дм^3 раствора азотнокислого серебра, израсходованный при контрольном определении, см^3;

V_1 — объем 0,01 моль/дм^3 раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование пробы для анализа, см^3;

m — масса пигмента, израсходованного при определении вещества, растворимого в воде, г.

Результат испытания записывают с точностью до второго десятичного знака.

---

* Допускается пользоваться стандартом до прямого введения в него МС ИСО 842—84.

7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ НИТРАТОВ

7.1. Проведение испытания

Помещают 50 см^3 прозрачного водного экстракта, полученного по ГОСТ 21119.2 (методом горячей или холодной экстракции), в дистилляционную колбу (п. 3.3) и разбавляют 150 см^3. Добавляют 3 г сплава Дерварда и 30 см^3 раствора гидроокиси натрия (п. 2.4) и сразу же закрывают прибор. В приемник помещают 2 см^3 соляной кислоты и 30 см^3 воды. Медленно нагревают колбу до начала реакции и продолжают нагрев в течение 30 мин для поддержания реакции. Затем отгоняют приблизительно 70 см^3 жидкости, охлаждая приемник проточной водой.

Доливают дистиллят водой до 250 см^3 и переносят 5 см^3 в цилиндр Несслера. Разбавляют до 50 см^3, добавляют 1 см^3 реактива Несслера и проводят сравнение цвета по эталонному раствору, приготовленному путем добавления из бюретки раствора хлористого аммония.

Проводят контрольное определение, используя 50 см^3 дистиллированной воды.

7.2. Обработка результатов

Содержание водорастворимых нитратов в пересчете на NO_3 в процентах по массе вычисляют по формуле

$$0{,}5\ \frac{V_1 - V_0}{m},$$

где V_0 — объем раствора хлористого аммония, израсходованный при контрольном определении, см^3;

V_1 — объем раствора хлористого аммония, требуемый для испытания образца, см^3;

m — масса пигмента, израсходованного при определении веществ, растворимых в воде, г.

Результат испытания записывают с точностью до второго десятичного знака.

8. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Результаты испытаний записывают в протокол, который должен содержать:

а) тип и марку испытуемого пигмента;

б) ссылку на настоящий стандарт;

в) все отклонения, внесенные в указанный метод, по согласованию или по другим причинам;

г) используемый метод получения водного экстракта (метод горячей или холодной экстракции);

д) результаты испытаний в соответствии с пп. 5.2, 6.2, 7.2;

е) дату проведения испытания.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Техническим комитетом ТК 221**

РАЗРАБОТЧИКИ

Э.Э. Калаус, канд. техн. наук; **В.И. Смирнова** (руководитель темы); **И.Л. Дахий**; **Л.В. Юрова**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 29.01.92 № 80**

3. **Стандарт предусматривает прямое применение международного стандарта ИСО 787-13—73 «Пигменты. Общие методы испытаний. Часть 13. Определение водорастворимых сульфатов, хлоридов и нитратов» с дополнительными требованиями, отражающими потребности экономики страны**

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 1277—75	2.2	ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 1770—74	3.2	ГОСТ 9147—80	3.1а
ГОСТ 3118—77	2.1	ГОСТ 9980.2—86	4
ГОСТ 3773—72	2.3	ГОСТ 21119.2—75	6.2; 7.1
ГОСТ 4108—72	2.5	ГОСТ 24104—88	3.6
ГОСТ 4328—77	2.4	ГОСТ 25336—82	3.5
ГОСТ 4459—75	2.6		

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 1998 г.**

gost.e-ecolog.ru