

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КРАСИТЕЛИ ОРГАНИЧЕСКИЕ, ПОЛУПРОДУКТЫ, ТЕКСТИЛЬНО-ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ ВЕЩЕСТВА

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

ГОСТ 16922—71
(СТ СЭВ 1748—79)

Издание официальное

40 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 668.8.001.4 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КРАСИТЕЛИ ОРГАНИЧЕСКИЕ, ПОЛУПРОДУКТЫ, ТЕКСТИЛЬНО-ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ ВЕЩЕСТВА

Методы испытаний

ГОСТ 16922—71

Organic dye-stuffs, intermediates, auxiliary compounds for textiles. Test methods

(СТ СЭВ 1748—79)

ОКСТУ 2409

Срок действия с 01.01.72
до 01.01.2001

Настоящий стандарт распространяется на органические красители, полупродукты и текстильно-вспомогательные вещества и устанавливает методы испытаний, указанные ниже.

Определение массовой доли нерастворимых в воде примесей в растворимых в воде красителях.

Определение концентрации красителей фотометрическим способом.

Определение растворимости красителей в воде.

Определение концентрации нитро- и азосоединений методом восстановления сульфатом двухвалентного ванадия.

Определение массовой доли азота в полупродуктах и текстильно-вспомогательных веществах.

Определение массовой доли примеси железа фотометрическим способом.

Определение массовой доли солей железа, кальция и магния в красителях или пигментах при их совместном присутствии.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ НЕ РАСТВОРИМЫХ В ВОДЕ ПРИМЕСЕЙ В РАСТВОРИМЫХ В ВОДЕ КРАСИТЕЛЯХ

1.1. Прямые, кислотные, хромовые, основные красители и нигрозин

1.1.1. *Аппаратура, реактивы и растворы:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

барий хлористый по ГОСТ 4108—72, раствор с массовой долей вещества 10%;

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1990

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой долей вещества 1%;

кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор с массовой долей вещества 5%;

стаканчик СВ-19/9 (24/10—34/12) по ГОСТ 25336—82;

стаканчик СН-34/12 (45/13) по ГОСТ 25336—82;

стакан В(Н)-1(2)—1000 ТС (ТХС) по ГОСТ 25336—82;

стакан 7 по ГОСТ 9147—80;

цилиндр 1—1000 по ГОСТ 1770—74;

воронка Бюхнера 2 (3) по ГОСТ 9147—80;

тигель фильтрующий ТФ-40-ПОР 40 ХС или ТФ-40-ПОР 16 ХС по ГОСТ 25336—82;

эксикатор 2—100 (140, 190, 250) по ГОСТ 25336—82;

электрошкаф сушильный, обеспечивающий температуру (100±±5) °С;

термометр ртутный стеклянный с пределами измерения 0—100 °С, ценой деления 1 °С и допускаемой погрешностью ±1 °С;

секундомеры механические по ГОСТ 5072—79 или часы любого типа;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г;

фильтр обеззоленный «белая лента».

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

1.1.2. *Проведение испытания*

2,00—4,00 г красителя помещают в стакан вместимостью 1 дм³ и растворяют при перемешивании стеклянной палочкой в 750 см³ воды, нагретой до кипения. Горячий раствор 90—95 °С фильтруют под разрежением на воронке Бюхнера через обеззоленный фильтр «белая лента», предварительно промытый 100 см³ нагретой до кипения воды и высушенный в стаканчике при температуре 95—100 °С до постоянной массы. Диаметр фильтра должен быть на 3—4 см больше диаметра воронки. Фильтр вкладывают в воронку в виде «корзиночки», смачивают, присасывают, а затем фильтруют раствор. При фильтровании раствора под этот фильтр подкладывают другой вырезанный по диаметру воронки обеззоленный фильтр «белая лента» или фильтр из миткаля, который не сушат и не взвешивают. Остаток на фильтре промывают нагретой до кипения водой до получения бесцветного фильтрата и отрицательной реакции на ионы SO_4^{2-} и Cl^-.

Промытый остаток с фильтром помещают в тот же стаканчик и сушат при температуре 95—100 °С до постоянной массы. Результат взвешивания записывают в граммах с точностью до четверто-

го десятичного знака. Перед каждым взвешиванием стаканчик с фильтром и остатком охлаждают в эксикаторе в течение одинакового интервала времени.

Масса навески указывается в нормативно-технической документации на конкретный краситель. Красители, образующие в горячей воде плохо фильтрующиеся растворы, рекомендуется сначала затереть в стакане стеклянной палочкой с 5—10 $см^3$ холодной дистиллированной воды, а затем уже прибавить воду, нагретую до кипения. Фильтровать такие растворы следует на воронке, заключенной в стальной кожух, снабженный штуцерами для подвода и отвода пара, при температуре 90 °С.

Допускается проводить фильтрование через фильтрующие тигли в тех же условиях, что и при фильтровании на воронке Бюхнера.

1.1.3. *Обработка результатов*

Массовую долю не растворимых в воде примесей (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{(m_2-m_1)\cdot 100}{m},$$

где m_2 — масса фильтрующего тигля или стаканчика и фильтра с высушенным остатком, г;

m_1 — масса фильтрующего тигля или стаканчика и фильтра, г;

m — масса навески испытуемого красителя, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,05%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±4% при доверительной вероятности 0,95.

1.2. Катионные красители

2,00 г красителя помещают в стакан, затирают в пасту с уксусной кислотой (ГОСТ 61—75) с массовой долей 30% в соотношении 1 : 1 и растворяют горячей (90—95 °С) водой.

Далее определение проводят по п. 1.1, фильтруя на воронке Бюхнера.

1.3. Активные красители

Определение проводят по п. 1.1, фильтруя на воронке Бюхнера.

Активные красители с индексом «Т» допускается фильтровать через два обеззоленных фильтра «белая лента».

В этом случае массовую долю не растворимых в воде примесей (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{[(m_3-m_1)-(m_4-m_2)]\cdot 100}{m},$$

где m_3 — масса стаканчика и верхнего фильтра с остатком, г,

m_1 — масса стаканчика и верхнего фильтра, г;

m_4 — масса стаканчика и нижнего фильтра после фильтрации, г;

m_2 — масса стаканчика и нижнего фильтра, г;

m — масса навески испытуемого красителя, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,05 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результатов анализа ±4% при доверительной вероятности 0,95.

1.4. Кубозоли

1.4.1. *Аппаратура, материалы, реактивы, растворы:*

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., раствор с массовой долей вещества 10%;

водорода пероксид по ГОСТ 10929—76, х. ч., раствор с массовой долей вещества 20%;

кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч.;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

бумага индикаторная бриллиантовая желтая;

бумага индикаторная «конго», готовят по ГОСТ 4919.1—77;

тигель фильтрующий ТФ-40-ПОР 100 ХС по ГОСТ 25336—82, промытый сначала серной кислотой до бесцветного промывного раствора, затем горячей (70—80 °С) водой до нейтральной реакции по бумаге «конго» и высушенный до постоянной массы при (100±5) °С;

стакан В(Н)-1(2)—400 по ГОСТ 25336—82;

цилиндр 1(3)—250 по ГОСТ 1770—74;

эксикатор 2—100 (140) по ГОСТ 25336—82;

электрошкаф сушильный, обеспечивающий температуру (100± ±5) °С;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г;

термометр ртутный стеклянный с пределами измерения 0—100 °С, ценой деления 1 °С и допускаемой погрешностью ±1 °С;

секундомеры механические по ГОСТ 5072—79 или часы любого типа.

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

1.4.2. *Проведение испытания*

5,00 г красителя помещают в стакан и растворяют при перемешивании стеклянной палочкой в 200 см³ воды. Раствор нагревают до температуры (50±2) или (60±2) °С в течение 5—10 мин

и сразу же фильтруют под разрежением через фильтрующий тигель.

Конкретная температура, до которой нагревают раствор, указывается в нормативно-технической документации на краситель. Остаток промывают водой, нагретой до 50 или 60 °С, до отсутствия щелочной реакции фильтрата по «бриллиантовой желтой» бумаге. Дополнительно для определения конца промывки к очередным 5—10 см³ промывных вод прибавляют раствор соляной кислоты до кислой реакции по бумаге «конго» и добавляют еще 5 см³ раствора пероксида водорода (при этом не должен выпадать осадок пигмента).

По окончании промывки тигель с остатком сушат до постоянной массы при температуре (100±5) °С. Перед каждым взвешиванием тигель с остатком охлаждают в эксикаторе в течение одного и того же интервала времени.

Результат взвешивания записывают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака.

1.4.3. *Обработка результатов*

Массовую долю не растворимых в воде примесей (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{(m_2-m_1)\cdot 100}{m},$$

где m_2 — масса фильтрующего тигля с высушенным остатком, г;

m_1 — масса фильтрующего тигля, г;

m — масса навески испытуемого красителя, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,05 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата испытания ±5% при доверительной вероятности 0,95.

Разд. 1 **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ КРАСИТЕЛЕЙ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ СПОСОБОМ

Метод основан на сравнении поглощения или пропускания света растворами стандартного и испытуемого образцов красителей.

2.1. Определение оптической плотности растворов красителей

2.1.1. *Аппаратура:*

колбы 2—100—2; 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74;

колориметр фотоэлектрический концентрационный КФК-2 или аналогичный, обеспечивающий измерение оптической плотности в диапазоне длин волн 315—988 нм;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже указанных.

2.1.2. *Проведение испытания*

Для измерения оптической плотности растворы красителей готовят с большим разведением (сотые и тысячные доли грамма красителя в 1 дм³). Для этого готовят исходный раствор, а затем соответствующим разбавлением его — растворы нужной концентрации. Степень разбавления раствора, а также кювету выбирают так, чтобы оптическая плотность наиболее концентрированного из растворов составляла 0,6—1,0.

Если в стандарте на испытуемый краситель нет указания, каким светофильтром необходимо пользоваться, то берут тот светофильтр, при котором величина оптической плотности окажется наибольшей. Далее определение проводят в соответствии с инструкцией, приложенной к прибору. Измерение оптической плотности проводят два-три раза и берут среднее значение.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. Определение концентрации красителя в испытуемом растворе

Из стандартного образца красителя готовят исходный раствор и разбавлением его приготовляют ряд растворов с известными, последовательно уменьшающимися массовыми концентрациями.

Измеряют оптическую плотность полученных растворов и строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массовые концентрации растворов стандартного красителя в г/дм³, а на оси ординат — соответствующие им величины оптической плотности.

В тех же условиях (с тем же светофильтром и в кювете такого же размера) измеряют оптическую плотность раствора испытуемого красителя и по градуировочному графику находят его массовую концентрацию.

Концентрацию испытуемого красителя по отношению к стандартному образцу (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{c_1 \cdot 100}{c},$$

где c_1 — массовая концентрация раствора стандартного образца красителя, найденная по градуировочному графику, г/дм³;

a — массовая концентрация красителя в испытуемом растворе, г/дм³.

Если известна массовая доля красителя в стандартном образце, то массовую долю испытуемого красителя (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{c_1 \cdot X_c}{c},$$

где c_1 — массовая концентрация раствора стандартного образца красителя, найденная по градуировочному графику, г/дм^3;

c — массовая концентрация красителя в испытуемом растворе, г/дм^3;

X_c — массовая доля красителя в стандартном образце, %.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 4%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата испытания ±5% при доверительной вероятности 0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3. Ускоренное определение концентрации испытуемого красителя по отношению к стандартному образцу

Для быстрого определения концентрации испытуемого красителя по отношению к стандартному образцу готовят в одинаковых условиях (навески и разбавление) растворы стандартного и испытуемого образцов красителя и измеряют оптическую плотность обоих растворов, как описано в п. 2.1, с одним и тем же светофильтром и в кюветах одинакового размера относительно дистиллированной воды.

Концентрацию испытуемого красителя по отношению к стандартному образцу (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{D_1 \cdot Y}{D},$$

где D — оптическая плотность раствора стандартного образца;

D_1 — оптическая плотность раствора испытуемого красителя;

Y — концентрация стандартного образца, %.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 4%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата испытания ±5% при доверительной вероятности 0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАСТВОРИМОСТИ КРАСИТЕЛЕЙ В ВОДЕ

3.1. Метод определения растворимости прямых, кислотных, хромовых, основных, анионных красителей и нигрозина

3.1.1. *Аппаратура, материалы, растворы:*

стаканчик СВ-14/8 (19/9—34/12) по ГОСТ 25336—82;

стаканчик СН-34/12 (45/13) по ГОСТ 25336—82;

колба Кн-1—250—19/26 (24/29) ТС (ТХС) по ГОСТ 25336—82;

колба 2—1000 (2000)—2 по ГОСТ 1770—74;

цилиндр 1 (3)—100 по ГОСТ 1770—74;

воронка Бюхнера 2 (3) по ГОСТ 9147—80;

холодильник ХПТ-1 (2,3)—300 (400, 600)—14/23 (29/32) ХС или холодильник ХШ-1—200 (19/26) или ХШ-1 (3)—300 (400)—29/32 ХС по ГОСТ 25336—82;

пипетка 2 (3)—2—1 (2,5); 4 (5)—2—1 (2); 6 (7)—2—5 по ГОСТ 20292—74;

термометр ртутный стеклянный с пределами измерения 0—100 °С, ценой деления 1 °С и допускаемой погрешностью ±1 °С;

электрошкаф сушильный, обеспечивающий температуру 120 °С;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г;

секундомеры механические по ГОСТ 5072—79 или часы любого типа;

фильтр обеззоленный «белая лента»;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже указанных.

3.1.2. *Проведение испытания*

Находят оптимальную массу навески красителя, при которой растворимость в воде достигает максимума. Масса навески указывается в нормативно-технической документации на конкретный краситель.

5,00 г красителя помещают в коническую колбу, прибавляют 100 $см^3$ дистиллированной воды, нагревают до кипения, кипятят 2 мин в колбе с обратным холодильником и фильтруют через обеззоленный фильтр «белая лента» на воронке, заключенной в стальной кожух, снабженный штуцерами для подвода и отвода пара, для поддержания при фильтровании температуры не ниже 90 °С. Перед началом фильтрования фильтр смачивают кипящей водой и тщательно присасывают к воронке, подложив прокладку из миткаля или бумажный фильтр, вырезанные по диаметру воронки.

Легко фильтрующиеся растворы можно фильтровать через воронку, предварительно прогретую в течение 20—30 мин в шкафу при 120 °С.

В некоторых случаях краситель растворяют в присутствии щелочных реагентов, о чем должно быть указано в нормативно-технической документации на испытуемый краситель.

При неполном растворении 5,00 г красителя в 100 см³ воды, что определяют по остатку на фильтре, опыт повторяют, соблюдая те же условия, последовательно с навесками 4,00; 3,00; 2,00 и 1,00 г, пока навеска полностью не растворится в 100 см³ воды. Если навеска массой 5,00 г растворится полностью, опыт повторяют с последовательно возрастающими массами навесок 6,00; 7,00; 8,00 г и далее до тех пор, пока навеска растворится не полностью. Когда визуально трудно оценить полноту растворения навески, ее проверяют, определяя массовую концентрацию красителя в фильтрате фотометрически. При испытании красителей с растворимостью ниже трех баллов допускается интервал между навесками 0,50 г.

Минимальную навеску, растворившуюся не полностью, считают оптимальной и определяют растворимость красителя при этой навеске. Для этого фильтр с прокладкой из бумаги снимают с воронки, воронку промывают горячей водой. Если же прокладка из миткаля, то снимают с воронки только фильтр, а воронку вместе с прокладкой промывают горячей водой. Фильтрат количественно (возможна кристаллизация красителя из фильтрата) переносят в мерную колбу вместимостью 1 или 2 дм³, разбавляют до метки дистиллированной водой температурой 20 °С и тщательно перемешивают.

Полученный раствор красителя разбавляют в необходимое число раз дистиллированной водой так, чтобы величина оптической плотности укладывалась в градуировочный график, и измеряют оптическую плотность по разд. 2 в тех же условиях, т. е. с тем же светофильтром и в кювете такого же размера, что и при построении градуировочного графика.

Градуировочный график строят для того же образца красителя, растворимость которого определяют. Для построения градуировочного графика 0,2000 г красителя растворяют в 100 см³ дистиллированной воды, нагретой до кипения, и кипятят 2 мин. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и тщательно перемешивают. Этот раствор используют в качестве исходного при построении градуировочного графика в разд. 2.

Затем по градуировочному графику находят массовую концентрацию красителя в разбавленном фильтрате в граммах на кубический дециметр.

3.1.3. *Обработка результатов*

Растворимость красителя (P) в граммах на кубический дециметр вычисляют по формуле

$$P = c \cdot K,$$

где c — массовая концентрация раствора красителя, найденная по градуировочному графику, г/дм³;

K — кратность разбавления фильтрата:

$$K = \frac{1000}{100} \cdot \left(\frac{V_2}{V_1}\right) \cdot n,$$

где V_2 — вместимость мерной колбы, см³;

V_1 — вместимость пипетки, см³;

n — число последовательных разбавлений.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результатов испытаний ±10% при доверительной вероятности 0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. Определение растворимости красителя по отношению к стандартному образцу

Берут навеску красителя на 1 г больше, чем норма растворимости, предусмотренная на данный краситель, растворяют и фильтруют, как описано в п. 3.1. Затем определяют концентрацию красителя в фильтрате фотометрическим методом, как описано в разд. 2, и находят растворимость его в г/дм³ по градуировочному графику, построенному для стандартного образца красителя.

3.3. Оценка растворимости красителей

Растворимость красителей в воде оценивается в баллах следующим образом:

растворимость 10 г/дм³ и менее — 1 балл;

растворимость от 11 г/дм³ — до 20 г/дм³ — 2 балла;

растворимость от 21 г/дм³ до 30 г/дм³ — 3 балла;

растворимость от 31 г/дм³ до 40 г/дм³ — 4 балла;

растворимость более 40 г/дм³ — 5 баллов.

3.2, 3.3 **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.4. Метод определения растворимости активных красителей в воде

Определение проводят по п. 3.1 с той лишь разницей, что взвешенный краситель помещают в стакан и прибавляют частями при перемешивании стеклянной палочкой до полного смачивания красителя и образования однородной массы 100 см³ дистиллированной воды, нагретой до 50 °С,— для активных красителей с индексом «Х», до 70 °С — для активных красителей с индексом «Т» или без марки, до 80°С — для активных красителей с индексом «Ш». В случае отклонения температур от указанных температура растворения приводится в нормативно-технической документации на конкретный краситель. Масса навески красителя также указывается в нормативно-технической документации.

Раствор выдерживают при указанной температуре 15 мин, затем дают ему охладиться до 20 °С, выдерживают еще 15 мин при периодическом перемешивании и фильтруют через обеззоленный фильтр «белая лента» на воронке Бюхнера. Перед началом фильтрования фильтр смачивают водой и тщательно присасывают к воронке. По окончании фильтрования фильтр снимают с воронки, а воронку смывают 150—200 $см^3$ горячей дистиллированной водой. Фильтрат количественно (возможна кристаллизация красителя из фильтрата) переносят в мерную колбу вместимостью 1 или 2 $дм^3$, разбавляют до метки дистиллированной водой температурой 20 °С и тщательно перемешивают. Далее определение ведут в соответствии с п. 3.1.2.

Для построения градуировочного графика навеску красителя массой 0,2000 г растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды, нагретой до температуры, при которой проводилось определение растворимости красителя. Раствор выдерживают при этой температуре 10—15 мин, затем дают охладиться до 20 °С, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, разбавляют до метки дистиллированной водой температурой 20 °С, тщательно перемешивают и строят градуировочный график, как описано в разд. 2.

3.5. Метод определения растворимости кубозолей в воде

Метод основан на определении массовой доли примесей, не растворимых в растворе красителя.

3.5.1. *Определение массовой доли примесей, не растворимых в растворе красителя*

3.5.1.1. Аппаратура, материалы, растворы:

стаканчик СН-45/13 по ГОСТ 25336—82;

колба Кн-1,2—500—29/32 ТС (ТХС) по ГОСТ 25336—82;

воронка Бюхнера 3 по ГОСТ 9147—80;

цилиндр 1(3)—250 по ГОСТ 1770—74;

холодильник ХПТ-2—600—14/23 ХС или

холодильник ХШ-1—300—29/32 по ГОСТ 25336—82;

термометр ртутный стеклянный с пределами измерения 0—100°С, ценой деления 1 °С и допускаемой погрешностью ±1 °С;

эксикатор 2—190(250) по ГОСТ 25336—82;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г;

электрошкаф сушильный, обеспечивающий температуру 120 °С;

секундомеры механические по ГОСТ 5072—79 или часы любого типа;

фильтры бумажные с фильтрующей способностью 30—50 с (фильтрующую способность определяют фильтрованием 100 $см^3$

дистиллированной воды (20 °С) под давлением 0,49 кПа (50 мм вод. ст.) через фильтрующую поверхность 10 см^2);

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже указанных.

3.5.1.2. *Проведение испытания*

25,00 г красителя помещают в коническую колбу и замешивают в однородную пасту с небольшим количеством воды, нагретой до 40—50 °С. Затем при перемешивании добавляют воду той же температуры до 250 см^3, закрывают колбу резиновой пробкой со вставленным в нее воздушным холодильником и термометром, опущенным в жидкость. Содержимое колбы нагревают на водяной бане до 90 °С, выдерживают при этой температуре в течение 2 мин и сразу же фильтруют на воронке Бюхнера под разрежением через два бумажных фильтра. Фильтры предварительно высушивают раздельно при (100±5) °С в стаканчиках для взвешивания до постоянной массы. Результат взвешивания записывают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака. Диаметр фильтра должен быть больше диаметра воронки на 3—4 см. Фильтры вкладывают в воронку в виде «корзиночки». Воронку предварительно нагревают в шкафу при 110—120 °С в течение 10 мин. Фильтры перед фильтрованием слегка смачивают горячей водой (90 °С) и тщательно присасывают к воронке. Фильтры с остатком помещают в те же стаканчики и сушат раздельно при (100±5) °С до постоянной массы. Результат взвешивания записывают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака.

Перед каждым взвешиванием стаканчики с фильтрами и остатками охлаждают в эксикаторе в течение одного и того же интервала времени.

3.5.1.3. *Обработка результатов*

Массовую долю примесей, не растворимых в растворе красителя, (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_2' - m_1') \cdot 100}{m},$$

где m_2' — увеличение массы верхнего фильтра, г;

m_1' — увеличение массы нижнего фильтра, г;

m — масса навески испытуемого красителя, г.

Если массовая доля примесей, не растворимых в растворе красителя, не превышает 1%, а для кубозоля серого С — 1,5%, то растворимость красителя в воде составляет не менее 100 г/дм^3.

3.6. Метод определения растворимости катионных красителей в воде

Метод основан на определении массовой доли примесей, не растворимых в растворе красителя.

3.6.1. *Определение массовой доли примесей, не растворимых в растворе красителя*

3.6.1.1. *Аппаратура, материалы, реактивы, растворы:*

стаканчик СН-34/12 (45/13) по ГОСТ 25336—82;

стаканчик СВ-14/8 (19/9—34/12) по ГОСТ 25336—82;

колба Кн-1—250—19/26 (24/29) ТС (ТХС) по ГОСТ 25336—82;

колба Кн-2—250 ТХС по ГОСТ 25336—82;

цилиндр 1—10: 1,3—100 по ГОСТ 1770—74;

пипетка 2(3, 6, 7)—2—10 по ГОСТ 20292—74;

холодильник ХПТ-1(2, 3)—300 (400, 600)—14/23 (29/32) или холодильник ХШ-1(3)—300(400)—29/32 по ГОСТ 25336—82;

воронка Бюхнера 3 по ГОСТ 9147—80;

термометр ртутный стеклянный с пределами измерения 0—100 °С, ценой деления 1 °С и допускаемой погрешностью ±1 °С;

эксикатор 2—190(250) по ГОСТ 25336—82;

электрошкаф сушильный, обеспечивающий температуру 120 °С;

секундомеры механические по ГОСТ 5072—79 или часы любого типа;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г;

фильтры обеззоленные «белая лента»;

кислота уксусная по ГОСТ 61—75, раствор с массовой долей вещества 30 %;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

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

3.6.1.2. *Проведение испытания*

10,00 г красителя помещают в коническую колбу, прибавляют раствор уксусной кислоты в количестве, равном массе красителя, и перемешивают стеклянной палочкой до получения однородной пасты. Затем при перемешивании прибавляют 90 см^3 дистиллированной воды, нагретой до 40—50 °С.

Колбу соединяют с обратным холодильником и содержимое ее кипятят в течение 2 мин. После кипячения раствор сразу же фильтруют на воронке Бюхнера под разрежением через два обеззоленных фильтра, предварительно высушенных раздельно в стаканчиках для взвешивания при 95—100 °С до постоянной массы. Воронку предварительно нагревают в сушильном шкафу при 110—120 °С в течение 20—30 мин. Фильтры вкладывают в воронку в виде «корзиночки» и перед началом фильтрования смачивают кипящей водой и тщательно присасывают к стенкам воронки.

По окончании фильтрования фильтры помещают в те же стаканчики и сушат при 95—100 °С до постоянной массы. Результат взвешивания записывают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака.

Перед каждым взвешиванием стаканчики с фильтрами и остатками охлаждают в эксикаторе в течение одного и того же интервала времени.

3.6.1.3. Обработка результатов

Массовую долю примесей, не растворимых в растворе красителя, (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_2' - m_1') \cdot 100}{m} - X,$$

где m_2' — увеличение массы верхнего фильтра, г;

m_1' — увеличение массы нижнего фильтра, г;

m — масса навески испытуемого красителя, г;

X — массовая доля не растворимых в воде примесей, определенная в соответствии с п. 1.2, %.

Если массовая доля примесей, не растворимых в растворе красителя, не превышает 0,5%, то растворимость красителя в воде составляет не менее 100 г/дм³.

3.4—3.6. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

4. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ НИТРО- И АЗОСОЕДИНЕНИЙ ПРИ ПОМОЩИ ВОССТАНОВЛЕНИЯ СУЛЬФАТОМ ДВУХВАЛЕНТНОГО ВАНАДИЯ

Анализ основан на количественном восстановлении нитро- и азогруппы до аминогруппы избытком раствора двухвалентного ванадия в кислой среде по схеме:

$$RNO_2 + 6V^{2+} + 6H^+ \rightarrow RNH_2 + 6V^{3+} + 2H_2O$$

$$R-N=N-R^1 + 4V^{2+} + 4H^+ \rightarrow R-NH_2 + R'-NH_2 + 4V^{3+}$$

и последующем титровании избытка раствора двухвалентного ванадия раствором железоаммонийных квасцов.

4.1. Аппаратура, материалы, реактивы, растворы:

сульфат двухвалентного ванадия, раствор концентрации примерно $c\ (VSO_4) = 0{,}1$ моль/дм³ (0,1 н.) готовят по п. 4.2;

квасцы железоаммонийные, раствор концентрации $c\ (NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O) = 0{,}1$ моль/дм³ (0,1 н.);

кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч.;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, свежепрокипяченная;

углекислый газ сжиженный по ГОСТ 8050—85;

сафранин, раствор с массовой долей вещества 0,5%;

пыль цинковая;

прибор для титрования (черт. 1);

порошок цинковый по ГОСТ 12601—76;
аммоний ванадиевокислый *мета* по ГОСТ 9336—75,
стаканчик СН-34/12 (45/13—60/14) по ГОСТ 25336—82;
колба 1(2)—1000—2 по ГОСТ 1770—74;
колба 1(2)—1000 по ГОСТ 25336—82;
колба П-2—2000—50 ТС (ТХС) по ГОСТ 25336—82;
колба Кн-2—500—40 ТС (ТХС); Кн-2—1000—42 ТС (ТХС); Кн-2—2000—50 ТС (ТХС) по ГОСТ 25336—82;
пипетка 6(7)—2—25; 2(3)—2—25(50) по ГОСТ 20292—74;
цилиндр 1(3)—25; 1(3)—50; 1(3)—250; 1—500; 1—1000 по ГОСТ 1770—74;
мензурка 50 по ГОСТ 1770—74;
бюретка 3—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74;
воронка Бюхнера 2(3) по ГОСТ 9147—80;
капельница 2—25(50) ХС; 3—7/11 ХС по ГОСТ 25336—82;
термометр ртутный стеклянный с пределами измерения 0—100 °С, ценой деления 1 °С и пределом допускаемой погрешности ±1 °С;
весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2 го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г;
секундомеры механические по ГОСТ 5072—79 или часы любого типа;
электрошкаф сушильный, обеспечивающий температуру 100 °С;
клапан Бунзена;
аппарат 500 по ГОСТ 25336—82 (аппарат Киппа);
бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76;
водяная баня.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. Приготовление раствора двухвалентного ванадия

Для приготовления 1 дм³ раствора концентрации примерно $c(VSO_4)=0{,}1$ моль/дм³ (0,1 н.) берут навеску V_2O_5; $V_2O_2(SO_4)_2 \times 7H_2O$; $VOCl_2$; NH_4VO_3 или метаванадата щелочного металла с таким расчетом, чтобы она содержала несколько более чем 6,0 г ванадия и замешивают в конической колбе с 200 см³ воды.

В полученную суспензию добавляют небольшими порциями 50 см³ серной кислоты При этом получается раствор, который разогревается до 50—55°С. Если для приготовления раствора двухвалентного ванадия берут V_2O_5, то при подкислении суспензии часть вещества остается в суспензии и растворяется полностью при восстановлении цинковой пылью

К горячему раствору небольшими порциями прибавляют 30 г цинковой пыли. Колбу во время восстановления закрывают резиновой пробкой с длинной стеклянной трубкой.

После прибавления всего количества цинковой пыли раствор приобретает интенсивную фиолетовую окраску, не изменяющуюся от дальнейшего прибавления цинковой пыли. Раствору дают постоять 15 мин, а затем фильтруют через бумажный фильтр на воронке для отсасывания (воронку и колбу Бунзена предварительно нагревают в сушильном шкафу при 100 °С в течение 30 мин) и фильтрат быстро переливают в подготовленную заранее колбу вместимостью 1,5—2 $дм^3$ с меткой, соответствующей объему 1 $дм^3$. В колбу заранее наливают 300 $см^3$ воды, 20 $см^3$ серной кислоты и пропускают углекислый газ из баллона или аппарата Киппа.

Полученный раствор разбавляют водой до 1 $дм^3$ и оставляют остывать до комнатной температуры при непрерывном пропускании углекислого газа через раствор. После этого содержимое колбы переливают для хранения в склянку прибора из темного стекла, предварительно заполненную углекислым газом (см. п. 4.3).

Пользоваться раствором можно на второй-третий день после его приготовления.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.3. Проведение испытания

Для определения собирают прибор, как показано на черт. 1.

Навеску вещества, содержащую 0,0020—0,0025 молярной массы эквивалента вещества, взятого в виде отдельной навески или в виде аликвотной части раствора из мерной колбы, помещают в колбу для титрования, снабженную клапаном Бунзена.

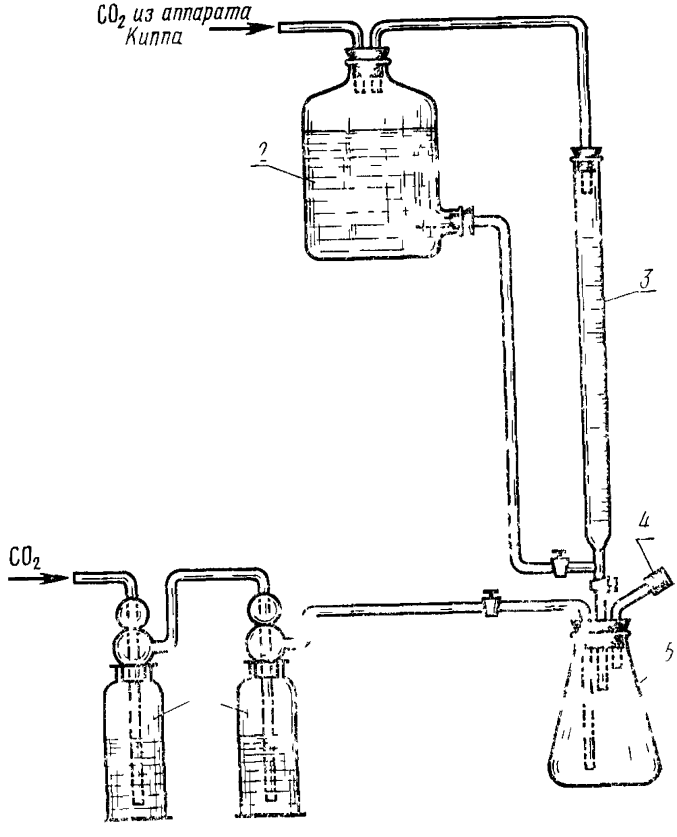
Молярную массу эквивалента вещества рассчитывают, исходя из того, что на восстановление одной азогруппы расходуется 4 эквивалента, одной нитрогруппы — 6 эквивалентов, а на медь в металлосодержащих красителях — 2 эквивалента восстановителя.

Далее в колбу для растворения навески прибавляют 20 $см^3$ воды, 3—4 капли раствора сафранина и, присоединив колбу с помощью пробки к бюретке, заполненной раствором сульфата ванадия, сильным током углекислого газа, поступающего через промывные склянки с раствором сернокислого двухвалентного ванадия, в течение 5 мин вытесняют воздух.

После этого прибавляют 40 $см^3$ раствора сульфата ванадия и выдерживают 5 мин при непрерывном пропускании углекислого газа.

Затем колбу с раствором присоединяют к другой бюретке, заполненной раствором железоаммонийных квасцов, и, пропуская через колбу углекислый газ, титруют избыток двухвалентного ванадия раствором железоаммонийных квасцов до перехода окраски раствора в красную или фиолетовую.

Прибор для определения концентрации нитро- и азосоединений методом восстановления сульфатом двухвалентного ванадия



1 — промывные склянки, *2* — бутыль с раствором сернокислого ванадия, *3* — бюретка, *4* — клапан Бунзена, *5* — колба для титрования

Черт. 1

Параллельно проводят контрольный опыт, помещая в колбу вместо раствора испытуемого вещества тот же объем дистиллированной воды, строго воспроизводя условия основного опыта. Контрольный и основной опыты повторяют по 2—3 раза.

Если испытуемое вещество не растворяется в воде, а растворяется в разбавленных кислотах или щелочах или в одном из органических растворителей, смешивающихся с водой, например, в ацетоне, метиловом и этиловом спирте, ледяной уксусной кислоте и др., навеску растворяют в определенном количестве одного из выбранных растворителей и проводят определение по

описанной выше методике. Контрольный опыт проводят с тем же объемом выбранного растворителя.

Если вещество не растворяется ни в воде, ни в одном из растворителей, перечисленных выше, навеску вещества, соответствующую приблизительно 0,0020—0,0025 молярной массы эквивалента, растворяют в колбе для титрования в минимальном объеме концентрированной серной кислоты (не более 20 см^3). Если для растворения навески вещества необходим больший объем серной кислоты, это должно быть указано в нормативно-технической документации на испытуемое вещество. Колбу присоединяют с помощью пробки к бюретке, заполненной раствором сульфата ванадия, помещают в баню с водой и льдом, в течение 5 мин пропускают углекислый газ для вытеснения воздуха и прибавляют 40 см^3 раствора сульфата ванадия. Дают выдержку 5 мин, снимают колбу с пробки, затем, оставляя ее в бане, разбавляют раствор в колбе 35—40 см^3 свежепрокипяченной дистиллированной воды, к которой добавлено 3—4 капли раствора сафранина, и присоединяют к другой бюретке, заполненной раствором железоаммонийных квасцов. При непрерывном пропускании углекислого газа титруют избыток двухвалентного ванадия раствором железоаммонийных квасцов при комнатной температуре до заметного изменения окраски раствора.

Одновременно проводят контрольный опыт, помещая в колбу для титрования тот же объем концентрированной серной кислоты и далее строго соблюдая условия работы при титровании испытуемой пробы. Концентрацию вещества вычисляют по формуле (1).

Если вещество плохо растворяется в выбранном растворителе при комнатной температуре, то навеску вещества растворяют при нагревании до 60—70 °С в колбе для титрования. Необходимость растворения при нагревании должна быть указана в стандарте на испытуемое вещество. Затем, присоединив колбу с помощью пробки к бюретке, заполненной раствором сульфата ванадия, пропускают в течение 5 мин сильную струю углекислого газа. После этого в теплый раствор прибавляют 40 см^3 раствора сульфата ванадия и дают выдержку 5 мин при непрерывном пропускании углекислого газа.

Далее добавляют раствор индикатора, охлаждают до комнатной температуры и титруют раствором железоаммонийных квасцов. В таких же условиях проводят контрольный опыт.

Концентрацию вещества вычисляют по формуле (1).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.4. Обработка результатов

Концентрацию испытуемого вещества (X_5, X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{(V - V_1) \cdot E \cdot 100}{10000 \cdot m},$$

если для определения была взята непосредственно навеска испытуемого вещества, и по формуле

$$X_6 = \frac{(V - V_1) \cdot E \cdot V_2 \cdot 100}{10000 \cdot m \cdot V_3},$$

если для определения была взята часть навески в виде разбавленного раствора,

где E — молярная масса эквивалента;

m — масса навески испытуемого вещества, г;

V — объем раствора железоаммонийных квасцов концентрации точно $c[NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O] = 0{,}1$ моль/дм^3 (0,1 н.), израсходованный на титрование при контрольном определении, см^3;

V_1 — объем раствора железоаммонийных квасцов концентрации точно $c[NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O] = 0{,}1$ моль/дм^3 (0,1 н.), израсходованный на титрование при основном определении, см^3;

V_2 — объем, в котором растворена масса навески испытуемого вещества, см^3;

V_3 — объем раствора испытуемого вещества, взятый для определения, см^3.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 1 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±2,5% при доверительной вероятности 0,95.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

5. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ АЗОТА В ПОЛУПРОДУКТАХ И ТЕКСТИЛЬНО-ВСПОМОГАТЕЛЬНЫХ ВЕЩЕСТВАХ

5.1. Аппаратура, материалы, реактивы, растворы:

кислота серная по ГОСТ 4204—77, х.ч.;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х. ч., раствор с массовой долей вещества 30—35%;

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., раствор молярной концентрации эквивалента c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.);

кислота борная по ГОСТ 9656—75, х. ч., 2%-ный раствор;

калий сернокислый по ГОСТ 4145—74, х.ч.;

кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80, х. ч.;

селен металлический;

медь сернокислая безводная, ч. д. а.;

цинковая пыль;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

фенолфталеин (индикатор), раствор индикатора готовят по ГОСТ 4919.1—77;

метиловый красный (индикатор), раствор индикатора готовят по ГОСТ 4919.1—77;

колба Кьельдаля 2—500—36 ТС (ТХС) по ГОСТ 25336—82;

прибор для отгонки аммиака (черт. 2);

стаканчик СВ-14/8 (19/9—34/12) по ГОСТ 25336—82;

стаканчик СН-34/12 (45/13—85/15) по ГОСТ 25336—82;

стакан 3(4—7) по ГОСТ 9147—80;

цилиндр 1—10; 1(3)—25; 1(3)—50; 1(3)—100 по ГОСТ 1770—74;

мензурка 100 по ГОСТ 1770—74;

колба Кн-2—250—40 ТС (ТХС); Кн-2—500—40 ТС (ТХС) по ГОСТ 25336—82;

колба П-2—500—40 ТС (ТХС) по ГОСТ 25336—82;

колба К-2—500—40 ТС (ТХС) по ГОСТ 25336—82;

колба для улавливания аммиака;

воронка ВК-100(250) ХС по ГОСТ 25336—82;

каплеуловитель КО-60 ХС по ГОСТ 25336—82;

бюретка 1(2,3)—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74;

холодильник ХШ-3—200—42 ХС по ГОСТ 25336—82;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—82 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г;

секундомеры механические по ГОСТ 5072—79 или часы любого типа;

бумага индикаторная фенолфталеиновая.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

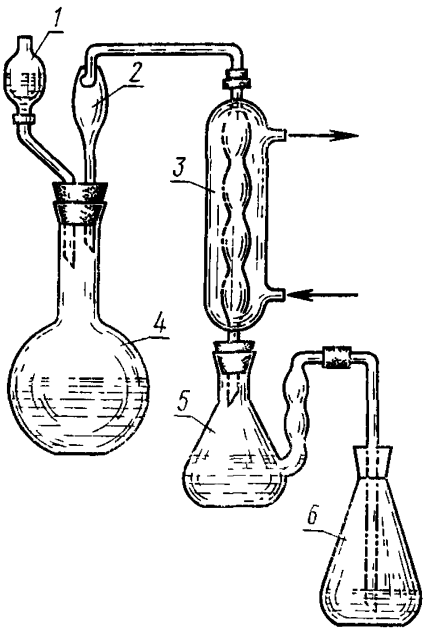
5.2. Приготовление селеновой смеси

Смешивают 3 части (объемных) серной и одну часть ортофосфорной кислот. Смесь разливают поровну в два фарфоровых стакана. В один стакан прибавляют металлический селен из расчета 2 г на каждые 100 см^3 смеси кислот, в другую — безводную сернокислую медь, также из расчета 2 г на каждые 100 см^3 смеси. Содержимое стаканов кипятят до посветления растворов и после охлаждения смешивают. При стоянии из раствора может выпасть осадок, который при кипячении частично вновь растворяется: можно употреблять эту суспензию.

5.3. Проведение испытания

0,5000—2,0000 г испытуемого вещества (в зависимости от содержания азота) помещают в колбу Кьельдаля, смачивают 10 см^3

Прибор для отгонки аммиака



1 — капельная воронка, *2* — брызгоуловливатель, *3* — холодильник; *4* — перегонная колба; *5* — приемник для улавливания аммиака; *6* — колба ловушка для аммиака

Черт. 2

серной кислоты и 20 см³ селеновой смеси. Колбу закрывают полой стеклянной грушей с заплавленным вытянутым концом.

При определении содержания азота в нитросоединениях, нитрозосоединениях, азосоединениях, азоксисоединениях и гидразосоединениях перед прибавлением селеновой смеси вещество восстанавливают, для чего к раствору его в серной кислоте прибавляют 1 г цинковой пыли и нагревают 30—40 мин на голом пламени горелки. Затем смесь охлаждают и прибавляют 20 см³ селеновой смеси.

Укрепив колбу в слегка наклонном положении, помещают ее в вытяжной шкаф и нагревают на небольшом голом пламени горелки. Нагревать можно на электроплитках или электронагревателях специальной конструкции.

Нагревать следует постепенно, медленно повышая температуру, пока содержимое колбы не закипит. В спокойно кипящую смесь в течение 15 мин малыми порциями вносят 10 г сернокислого калия. Кипячение проводят так, чтобы пары конденсировались в горле колбы и продолжают до тех пор, пока содержимое колбы не станет прозрачным. После этого нагревание продол-

жают еще 1 ч для полного разложения органического вещества. В большинстве случаев общая продолжительность разложения органического вещества составляет 2—3 ч.

Остывшую жидкость осторожно количественно переносят в перегонную колбу прибора для отгонки аммиака, куда предварительно наливают 50—60 см³ воды. Колбу Кьельдаля и стеклянную грушу, которой она была закрыта, несколько раз тщательно споласкивают водой. Промывные воды также переливают в перегонную колбу прибора. Все описанные выше работы необходимо проводить, надев защитные очки.

В приемник для улавливания аммиака наливают 50 см³ раствора борной кислоты, в колбу *6*, служащую гидравлическим затвором, наливают 50 см³ воды.

Перед сборкой прибора в перегонную колбу добавляют несколько капель раствора фенолфталеина и опускают несколько капилляров. Из капельной воронки в перегонную колбу приливают раствор гидроокиси натрия (около 80 см³) до тех пор, пока жидкость в колбе не окрасится в малиновый цвет.

После этого капельную воронку споласкивают водой, оставляя в воронке слой воды, служащий гидравлическим затвором для предотвращения потери паров аммиака через кран воронки.

Перегонную колбу нагревают сначала осторожно, затем до бурного кипения раствора. Выделившиеся аммиак и пары воды проходят каплеуловитель, холодильник и собираются в приемнике.

После того, как будет отогнано 250—300 см³ раствора, приемник отделяют от холодильника и капле дистиллята дают стечь из холодильника на фенолфталеиновую бумагу. Если бумага не покраснеет, перегонку считают законченной.

Содержимое приемника и колбы *6* количественно переносят в коническую колбу вместимостью 500 см³ и титруют раствором соляной кислоты в присутствии раствора индикатора метилового красного.

С тем же количеством реагентов, но без испытуемого вещества, и в тех же условиях проводят контрольный опыт (включая отгонку и титрование), помещая в приемник 50 см³ раствора борной кислоты.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5.4. Обработка результатов

Массовую долю азота в испытуемом веществе (X_7) в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{0{,}0014 \cdot (V - V_1) \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора соляной кислоты концентрации точно c (HCl) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование при основном определении, см³;

V_1 — объем раствора соляной кислоты концентрации точно c (HCl) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование при контрольном определении, см³;

m — масса навески испытуемого вещества, г;

0,0014 — масса азота, соответствующая 1 см³ раствора концентрации точно c (HCl) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 5%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±4% при доверительной вероятности 0,95.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

6. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ПРИМЕСИ ЖЕЛЕЗА ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ СПОСОБОМ

6.1. Аппаратура, материалы, реактивы и растворы:

кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч.;

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., разбавленная 1 : 1;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

тигель низкий 3(4,5) по ГОСТ 9147—80;

тигель высокий 1(2—4) по ГОСТ 9147—80;

колба 1(2)—100—2 по ГОСТ 1770—74;

цилиндр 1—10 по ГОСТ 1770—74;

пипетка 2(6,7)—2—10; 2—2—20 по ГОСТ 20292—74;

эксикатор 2—190(250) по ГОСТ 25336—82;

секундомеры механические по ГОСТ 5072—79 или часы любого типа;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

6.2. Подготовка пробы

Навеску испытуемого вещества, масса которой выбрана с таким расчетом, чтобы содержание железа в ней не превышало 0,2 мг, взвешивают в прокаленном до постоянной массы фарфоровом тигле. Результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Затем в тигель добавляют минимальное количество серной кислоты, требуемое для полного смачивания вещества, и медленно нагревают тигель на асбестированной сетке небольшим пламенем горелки, следя за тем, чтобы продукт в тигле спокойно обугливался (без воспламенения). Продолжают нагревание, постепенно увеличивая пламя горелки, до полного удаления паров серной кислоты. Допускается проводить обугливание на электроплитке. Затем прокаливают в муфельной печи при температуре 500—600 °С до постоянной массы.

Перед каждым взвешиванием тигель с золой охлаждают в эксикаторе с хлористым кальцием в течение одинакового промежутка времени. Результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

По достижении постоянной массы в тигель вносят 100 см³ соляной кислоты, нагревают до полного растворения вещества и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, смывая стенки тигля небольшим количеством воды. Объем раствора в колбе доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

6.1, 6.2 **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

6.3. Проведение испытания

Для определения содержания примеси железа отбирают 20 см³ раствора, приготовленного по п. 6.2. Определение проводят по ГОСТ 10555—75. Метод определения указывают в нормативно-технической документации на испытуемое вещество.

При приготовлении контрольного раствора в него необходимо прибавить 10 см³ соляной кислоты и серной кислоты столько, сколько было израсходовано при озолении навески.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

6.4. Обработка результатов

Массовую долю железа (X'_8) в процентах вычисляют по формуле

$$X_8' = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 20 \cdot 1000},$$

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

m — масса навески испытуемого вещества, г.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

7. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ СОЛЕЙ ЖЕЛЕЗА, КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ ПРИ СОВМЕСТНОМ ПРИСУТСТВИИ В КРАСИТЕЛЯХ ИЛИ ПИГМЕНТАХ

7.1. Аппаратура, материалы, реактивы и приборы:

кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч.;

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., концентрированная, раствор с массовой долей вещества 20% и раствор 1 : 1;

кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—78, ч. д. а., раствор с массовой долей вещества 20%;

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, ч. д. а., раствор с массовой долей вещества 20%;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

трилон Б по ГОСТ 10652—73, раствор концентрации c ($^1/_2C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,01 моль/дм³ (0,01 н.); готовят сле-

дующим образом: вначале готовят раствор концентрации c ($^1/_2C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) трилона Б по ГОСТ 10398—76, а затем полученный раствор точно разбавляют водой в 10 раз;

буферный раствор с pH 9,5—10; готовят по ГОСТ 10398—76;

эриохром черный Т (кислотный хромовый черный, специальный);

гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, высший сорт;

раствор индикатора; готовят следующим образом: 0,25 г эриохрома черного Т растворяют в этиловом спирте, прибавляют 2,5 г солянокислого гидроксиламина и доводят объем раствора этиловым спиртом до 100 см^3. Хранят в склянке из темного стекла (срок хранения 10—12 сут) или

смесь индикаторная сухая; готовят следующим образом: 0,2 г эриохрома черного Т растирают с 20 г хлористого натрия. Хранят в герметически закрывающейся склянке из темного стекла (срок хранения 10—12 мес);

стаканчик СВ-14/8 (19/9—34/12) по ГОСТ 25336—82;

стаканчик СН-34/12 по ГОСТ 25336—82;

тигель низкий 3(4,5) по ГОСТ 9147—80;

тигель высокий 2(3,4) по ГОСТ 9147—80;

ступка 3 (4,5) по ГОСТ 9147—80;

пестик 1(2) по ГОСТ 9147—80;

цилиндр 1(3)—25; 1(3)—50; 1(3)—100 по ГОСТ 1770—74;

колба 1(3)—100—2; 1—250—2 по ГОСТ 1770—74;

колба Кн-1—250—19/26 (24/29) ТС (ТХС); Кн-2—250—34 ТС (ТХС) по ГОСТ 25336—82;

пипетка 1(4,5)—2—1; 2(3,6,7)—2—5; 2(3)—2—50 по ГОСТ 20292—74;

бюретка 1—2—10—0,05 по ГОСТ 20292—74;

стакан В (Н)-1 (2) — 250 ТС (ТХС); В (Н)-1 (2)—600 ТС (ТХС) по ГОСТ 25336—82;

капельница 2—25 (50) ХС; 3—7/11 ХС по ГОСТ 25336—82;

воронка ВФ-1—32 (40, 60) ПОР 100 ТХС по ГОСТ 25336—82;

термометр ртутный стеклянный с пределами измерения 0—100 °С, ценой деления 1 °С и допускаемой погрешностью ±1 °С;

секундомеры механические по ГОСТ 5072—79 или часы любого типа;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

фильтр обеззоленный «белая лента»;

бумага «конго».

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими ха-

рактеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

7.2. Определение массовой доли солей железа в пересчете на железо

5,0000—10,0000 г красителя или пигмента взвешивают в прокаленном до постоянной массы фарфоровом тигле. Тигель ставят на асбестированную сетку и осторожно, не допуская горения в тигле, сжигают его содержимое, пока оно не обуглится. Затем прокаливают в муфельной печи при 700—750 °С, не допуская сплавления. При наличии в золе частиц угля ее смачивают азотной кислотой, кислоту удаляют выпариванием и снова прокаливают.

Затем золу обрабатывают в тигле 200 см³ 20%-ного раст. ра соляной кислоты и осторожно при нагревании растворяют соли металлов. После растворения содержимое тигля количественно переносят горячей водой 70—80 °С в стакан вместимостью 200—250 см³. Полученный раствор нагревают до кипения и прибавляют раствор аммиака до полного осаждения гидрата окиси железа и появления слабого запаха аммиака. Через 5—10 мин осадок отфильтровывают на конической воронке через беззольный фильтр «белая лента» и промывают на фильтре горячей водой 70—80 °С (пять-шесть раз порциями по 5—10 см³).

Фильтрат и промывные воды сохраняют до определения содержания солей кальция и магния, как указано в п. 7.3.

Осадок на фильтре растворяют в 20 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1, нагретой до 60—70 °С. Раствор собирают в мерную колбу вместимостью 250 см³. Фильтр промывают горячей водой 70—80 °С до отсутствия кислой реакции промывных вод по бумаге конго, собирая промывные воды в ту же мерную колбу. По охлаждении раствора до 20 °С объем раствора в колбе доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

50 см³ полученного раствора переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют раствор аммиака до появления слабой мути гидроокиси железа, которую затем растворяют прибавлением нескольких капель раствора соляной кислоты. Реакция раствора должна быть слабокислой по бумаге конго.

Далее прибавляют 50—60 см³ воды, нагретой до 70 °С 8—10 капель раствора сульфосалициловой кислоты и титруют раствором трилона Б до исчезновения красно-фиолетовой окраски.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

7.2а. Обработка результатов

Массовую долю железа (X_8) в процентах вычисляют по формуле

$$X_8 = \frac{0{,}0002793 \cdot V \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 50},$$

где V — объем раствора трилона Б концентрации точно c ($^1/_2C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 2H_2O$) = 0,01 моль/дм³ (0,01 н.), израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески, испытуемого красителя, г;

0,0002793 — масса железа, соответствующая 1 см³ раствора концентрации точно c ($^1/_2C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 2H_2O$) = = 0,01 моль/дм³ (0,01 н.).

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,05%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±7% при доверительной вероятности 0,95.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

7.3. Определение массовой доли солей кальция и магния в пересчете на кальций

Фильтрат и промывные воды, сохраняемые при определении по п.7.2, количественно собирают в стакан вместимостью 500 см³ и выпаривают до 200 см³.

Затем раствор охлаждают до 20 °С, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

50 см³ полученного раствора переносят пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 5 см³ буферного раствора и перемешивают. Затем прибавляют 0,5 см³ раствора индикатора или 0,1—0,2 г сухой индикаторной смеси, перемешивают и титруют раствором трилона Б до перехода красно-фиолетовой окраски раствора в сине-сиреневую или синюю, не изменяющуюся при дальнейшем прибавлении раствора трилона Б. Одновременно и в тех же условиях определяют расход раствора трилона Б на титрование 5 см³ буферного раствора и 50 см³ воды (контрольное определение).

Расход раствора трилона Б концентрации точно c ($^1/_2C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,01 моль/дм³ (0,01 н.) на контрольное определение не должен превышать 0,5 см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

7.4. Обработка результатов

Массовую долю солей кальция и магния (X_9) в пересчете на кальций в процентах вычисляют по формуле

$$X_9 = \frac{0{,}0002004 \cdot (V - V_1) \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 50},$$

где V — объем раствора трилона Б концентрации точно c ($^1/_2C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,01 моль/дм³ (0,01 н.), израсходованный на титрование при основном определении, см³;

V_1 — объем раствора трилона Б концентрации точно c ($^1/_2C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,01 моль/дм^3 (0,01 н.), израсходованный на титрование при контрольном определении, см^3;

m — масса навески испытуемого вещества, г;

0,0002004 — масса кальция, соответствующая 1 см^3 раствора концентрации точно c ($^1/_2C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = = 0,01 моль/дм^3 (0,01 н.).

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,05%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±7% при доверительной вероятности 0,95.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

   РАЗРАБОТЧИКИ

   М. А. Чекалин, А. А. Черкасский, Ю. В. Лянде, А. И. Пешехонова, А. А. Ковтюк

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 23.04.71 № 782

3. Стандарт соответствует СТ СЭВ 1748—79

4. ВЗАМЕН ГОСТ 9390—60 в части разд. 6, 8, 9, 10

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 61—75	1 2, 3 6 1 1
ГОСТ 1277—75	1 1 1
ГОСТ 1770—74	1 1 1, 1 4 1, 2 1, 3 1, 3 5 1 1 3 6 1 1, 4 1, 5 1, 6 1, 7 1
ГОСТ 3118—77	1 4 1, 5 1, 6 1, 7 1
ГОСТ 3760—79	7 1
ГОСТ 4108—72	1 1 1
ГОСТ 4145—74	5 1
ГОСТ 4204—77	1 4 1, 4 1, 5 1, 6 1
ГОСТ 4233—77	7 1
ГОСТ 4328—77	5 1
ГОСТ 4461—77	1 1 1, 7 1
ГОСТ 4478—78	7 1
ГОСТ 4919 1—77	1 4 1, 5 1
ГОСТ 5072—79	1 1 1, 1 4 1, 3 1 1; 3 5 1 1; 3 6 1 1; 4 1; 5 1, 6 1, 7 1
ГОСТ 5456—79	7 1
ГОСТ 6552—80	5 1
ГССТ 6709—72	1 1 1, 1 4 1, 3 1 1, 3 5 1 1; 3 6 1 1; 4 1; 5 1, 6 1, 7 1
ГОСТ 8050—85	4 1
ГОСТ 9147—80	1 1 1, 3 1, 3 5 1 1, 3 6 1 1, 4 1; 5 1; 6 1, 7 1
ГОСТ 9336—75	4 1
ГОСТ 9656—75	5 1
ГОСТ 10398—76	7 1
ГОСТ 10555—75	6 1
ГОСТ 10652—73	7 1

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 10929—76	1.4 1
ГОСТ 12026—76	4 1
ГОСТ 12601—76	4 1
ГОСТ 18300—87	7.1
ГОСТ 20292—74	3 1.1; 3 6 1 1; 4 1; 5 1; 6 1; 7 1
ГОСТ 24104—88	1.1.1; 1.4.1; 2.1; 3 1.1; 3.5 1.1; 3 6 1.1; 4.1; 5.1; 6 1; 7.1
ГОСТ 25336—82	1.1 1; 1.4.1; 3.1.1; 3 5 1.1; 3.6.1.1; 4.1; 5 1; 6.1; 7 1

6. Срок действия продлен до 01.01.2001 Постановлением Госстандарта от 06.03.90 № 368

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (апрель 1990 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июле 1980 г., марте 1990 г. (ИУС 10—80, 6—90)

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректор *Л. А. Быкова*

Сдано в наб. 19.04.90 Подп. к печ. 11.09.90 2,0 усл. п. л. 2,0 усл. кр.-отт. 2,02 уч.-изд. л.
Тираж 8000 экз Цена 40 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557 Москва ГСП Новопресненский пер., 3
Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1869

gost.e-ecolog.ru