Группа Л59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

Методы определения цветности жидких химических реактивов и растворов реактивов

Reagents. Methods for determination of chromaticity of liquid chemical reagents and solutions of reagents

ГОСТ 14871—76

Взамен ГОСТ 14871—69

МКС 71.040.30

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 2 июля 1976 г. № 1643 дата введения установлена

01.07.77

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

Настоящий стандарт устанавливает следующие методы определения цветности жидких химических реактивов и растворов реактивов:

визуальный метод цветовой шкалы;

фотометрический метод.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1696—79, международному стандарту ИСО 2211—73 и СТ СЭВ 742—77 в части, касающейся платиново-кобальтовой шкалы.

Общие указания по проведению анализа — по СТ СЭВ 804—77.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ВИЗУАЛЬНЫЙ МЕТОД ЦВЕТОВОЙ ШКАЛЫ

1.1а. Сущность метода

Метод основан на определении условно принятой количественной характеристики для жидких химических реактивов и их растворов, имеющих незначительную окраску, путем визуального сравнения с цветовой шкалой (растворами сравнения).

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1.1. Цветовые шкалы, применяемые для определения цветности, должны соответствовать табл. 1.

Таблица 1

Цветовая шкала	Цветовой оттенок шкалы	Единица измерения цветности
1. Йодная	Желто-коричневый	1 мг J_2/100 см^3
2. Бихроматная	Желтый	1 мг $K_2Cr_2O_7$/100 см^3
3. Платиново-кобальтовая (по Хазену)	Желто-коричневый	1 мг Pt + 0,5 мг Co/1000 см^3
4. Медь-железо-кобальт-бихроматная	Интервал оттенков (коричневый, желтый, зеленый, красный)	1,56 см^3 смеси основных растворов по табл. 4

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. Реактивы, растворы и посуда

йод по ГОСТ 4159—79, ч. д. а.;

калий йодистый по ГОСТ 4232—74, х. ч.;

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменением № 1, утвержденным в июне 1980 г. (ИУС 9—80).

gost.e-ecolog.ru

калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75, х. ч.;
кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., 1 %-ный раствор;
кобальт хлористый по ГОСТ 4525—77, ч. д. а.;
медь сернокислая по ГОСТ 4165—78, х. ч.;
железо хлорное по ГОСТ 4147—74, х. ч.;
вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;
пробирки по ГОСТ 25336—82;
колба мерная по ГОСТ 1770—74;
пипетки и бюретки по НТД.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3. Подготовка к анализу

1.3.1. *Приготовление основных растворов цветовых шкал*

Для приготовления основных растворов цветовых шкал навески реактивов берут с погрешностью не более 0,001 г и готовят растворы в мерых колбах в соответствии с табл. 2.

Таблица 2

Цветовая шкала	Приготовление основного раствора	Содержание основного компонента в 1 $см^3$ раствора, мг	Дополнительные указания
	1 способ		
1. Йодная	К 2 $см^3$ раствора, содержащего 0,4 г йодистого калия, прибавляют 0,100 г йода. После его полного растворения объем раствора доводят водой до 100 $см^3$	1 (J_2)	Раствор йода годен к применению в течение 2,5 месяцев при хранении его в темном месте в склянке из оранжевого стекла с притертой пробкой
	2 способ		
2. Бихроматная	7,9 $см^3$ точно 0,1 н. раствора йода разбавляют водой до 100 $см^3$ 0,100 г мелкорастертого двухромовокислого калия растворяют в растворе серной кислоты и доводят объем раствора этой же кислотой до 100 $см^3$	1 ($K_2Cr_2O_7$)	Допускается для разбавления применять воду или серную кислоту других концентраций
3. Платиново-кобальтовая (по Хазену)	Готовят по ГОСТ 18522—93		
4. Медь-железо-кобальт-бихроматная	Навеску сернокислой меди, соответствующую 6,000 г $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, растворяют в растворе серной кислоты и доводят объем раствора этой же кислотой до 100 $см^3$	60,00 ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$)	Содержание $FeCl_3 \cdot 6H_2O$, $CoCl_2 \cdot 6H_2O$, $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, $K_2Cr_2O_7$ определяют непосредственно перед приготовлением растворов. Допускается в величину навески вводить соответствующую поправку
	Навеску хлорного железа, соответствующую 4,500 г $FeCl_3 \cdot 6H_2O$, растворяют в растворе серной кислоты и доводят объем раствора этой же кислотой до 100 $см^3$	45,00 ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$)	
	Навеску хлористого кобальта, соответствующую 6,000 г $CoCl_2 \cdot 6H_2O$, растворяют в растворе серной кислоты и доводят объем раствора этой же кислотой до 100 $см^3$	60,00 ($CoCl_2 \cdot 6H_2O$)	
	Навеску двухромовокислого калия, соответствующую 0,490 г $K_2Cr_2O_7$, растворяют в растворе серной кислоты и доводят объем раствора этой же кислотой до 100 $см^3$	4,90 ($K_2Cr_2O_7$)	

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3.1а. Приготовленные основные растворы помещают в сухие склянки с притертыми пробками и хранят при комнатной температуре в темном месте.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1.3.2. *Приготовление цветовых шкал (растворов сравнения)*

Цветовые шкалы (растворы сравнения) готовят из основных растворов, смешивая их с водой или раствором серной кислоты, при этом основные растворы отбирают градуированной пипеткой или бюреткой с погрешностью не более 0,02 мл.

Йодную, бихроматную цветовые шкалы готовят по табл. 3.

Платиново-кобальтовую шкалу готовят по ГОСТ 18522—93.

Таблица 3

Показатель цветности	Наименование шкалы			
	Йодная, мг J_2/100 см^3		Бихроматная, мг $K_2Cr_2O_7$/100 см^3	
	Основной раствор, см^3	Дистиллированная вода, см^3	Основной раствор, см^3	Раствор серной кислоты, см^3
1	1	99	1	99
2	2	98	2	98
3	3	97	3	97
4	4	96	4	96
5	5	95	5	95
7	7	93	7	93
10	10	90	10	90
15	15	85	15	85
20	20	80	20	80
25	25	75	25	75
30	30	70	30	70
40	40	60	40	60
50	50	50	50	50
60	60	40	60	40
80	80	20	80	20
100	100	—	100	—
500	—	—	—	—

Примечание. При необходимости следует готовить растворы сравнения с промежуточными показателями цветности (показатель цветности выражают только в целых единицах).

Медь-железо-кобальт-бихроматную шкалу с показателем цветности 7 готовят по табл. 4.

Таблица 4

Цвет раствора сравнения	Основные растворы, см^3				Раствор серной кислоты, см^3
	меди	железа	кобальта	бихромата	
Коричневый	17,90	40,00	35,00	8,00	—
Желтый	1,90	4,00	9,50	10,70	73,90
Зеленый	20,10	4,00	3,50	10,40	62,00
Красный	6,10	12,00	40,50	6,30	35,10

Для получения растворов сравнения меньшей цветности соответствующие растворы сравнения с показателем цветности 7 разбавляют раствором серной кислоты по табл. 5.

Таблица 5

Показатель цветности	Раствор сравнения с показателем цветности 7, $см^3$	Раствор серной кислоты, $см^3$
7	100,00	—
6	50,00	50,00
5	25,00	75,00
4	12,50	87,50
3	6,25	93,75
2	3,12	96,88
1	1,56	98,44

Растворы сравнения с показателем цветности 1, 2, 3 должны быть свежеприготовленными.

Допускается основные растворы использовать в отдельности или в комбинации из 2—3 растворов, а также применять трехкомпонентную медь-железо-кобальтовую шкалу. Применяемый раствор или соотношение растворов указывают в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3.3. Растворы сравнения цветовых шкал, помещенные в ампулы или герметично закрытые пробирки (в объемах 5 или 20 $см^3$), хранят в темном месте в течение года с момента изготовления.

Основные растворы и растворы сравнения по истечении указанного срока хранения перед применением проверяют на отсутствие помутнения, осадка и хлопьев, при их появлении растворы заменяют свежеприготовленными.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1.4. Проведение анализа

1.4.1. Показатель цветности слабоокрашенного жидкого реактива или его раствора определяют сравнением его окраски с окраской цветовой шкалы (раствора сравнения).

1.4.2. Для определения показателя цветности пробы анализируемого реактива или его раствора отбирают по массе или объему с погрешностью не более 1 %.

1.4.3. Отсутствие окраски устанавливают визуальным сравнением 20 $см^3$ анализируемого реактива или его раствора с 20 $см^3$ дистиллированной воды или раствора серной кислоты, помещенными в одинаковые пробирки из бесцветного стекла диаметром 25—30 мм при наблюдении в проходящем свете на фоне молочного стекла или сравнением 5 $см^3$ в пробирках из бесцветного стекла с плоским дном диаметром 16 мм при наблюдении по оси пробирки на фоне белой бумаги.

1.4.4. Соответствие окрасок анализируемого реактива или его раствора растворам цветовых шкал определяют визуальным сравнением 20 $см^3$ растворов, помещенных в одинаковые пробирки из бесцветного стекла диаметром 20—30 мм в проходящем свете на фоне молочного стекла или сравнением 5 $см^3$ в пробирках из бесцветного стекла с плоским дном диаметром 16 мм при наблюдении по оси пробирки на фоне белой бумаги или при помощи компаратора.

1.4.5. За показатель цветности анализируемого реактива или его раствора принимают показатель цветности раствора сравнения определенной цветовой шкалы, имеющего такую же окраску. Если показатель цветности анализируемого раствора является промежуточным между двумя соседними растворами сравнения, выраженными в целых единицах, то его принимают равным раствору сравнения с большим показателем цветности.

1.5. **(Исключен, Изм. № 1).**

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на определении условно принятой количественной характеристики для жидких химических реактивов и их растворов, имеющих незначительную окраску, путем определения их оптической плотности на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре любого типа.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Оптическая плотность анализируемого реактива или его раствора не должна быть ниже 0,05. При более низких значениях оптической плотности применяют только метод цветовой шкалы.

2.3. Раствор анализируемого реактива готовят в соответствии с нормативно-технической документацией на реактив.

2.4. Светофильтры на фотоколориметре выбирают приблизительно по табл. 6.

Таблица 6

Цветовые оттенки растворов	Окраска светофильтров	Интервал длин волн, нм
Желто-зеленый	Фиолетовая	400—500
Желтый	Синяя	450—480
Оранжевый	Зелено-синяя	480—490
Красный	Сине-зеленая	490—500
Пурпурный	Зеленая	500—560
Фиолетовый	Желто-зеленая	560—575
Синий	Желтая	575—590
Зелено-синий	Оранжевая	590—625
Сине-зеленый	Красная	625—670

Выбирают тот светофильтр (интервал длин волн), при котором абсолютная величина оптической плотности окажется наибольшей.

2.5. Анализ проводят в соответствии с инструкцией, приложенной к прибору.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.6. Тип применяемого прибора, интервал длин волн или длину волны, толщину поглощающего свет слоя, способ измерения, раствор сравнения и, при необходимости, построение градуировочного графика указывают в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

gost.e-ecolog.ru