

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**ОБЩИЕ МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ ПИГМЕНТОВ
И НАПОЛНИТЕЛЕЙ****Определение водорастворимых сульфатов,
хлоридов и нитратов****ГОСТ
21119.11-92**General methods of test for pigments
and extenders. Determination of water-soluble
sulphates, chlorides and nitrates

(ИСО 787-13-73)

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/дм³.2.4. Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор 200 г/дм³.2.5. Барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор 50 г/дм³.2.6. Калий хромовокислый по ГОСТ 4459, раствор 50 г/дм³.

2.7. Сплав Дебарда порошкообразный.

2.8. Реактив Несслера, приготовленный одним из указанных методов:

а) растворяют 5 г йодида калия в 3,5 см³ воды. Добавляют при перемешивании холодный насыщенный раствор хлористой ртути (HgCl₂) до образования незначительного красного осадка. Продолжая перемешивание, добавляют 40 см³ раствора гидроксида калия (500 г/дм³), разбавляют до 100 см³, 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 гидроксида натрия, встряхивают до растворения, добавляют еще немного насыщенного раствора хлористой ртути и разбавляют водой до 100 см³. 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 см³ по ГОСТ 1770.

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. Электронпечь, 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 см³ прозрачного водного экстракта, полученного по ГОСТ 21119.2 (методом горячей или холодной экстракции), подкисляют 3 см³ 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 озолотят, 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 SO₄ 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 см³ прозрачного водного экстракта, полученного по ГОСТ 21119.2 (методом горячей или холодной экстракции), добавляют 1 см³ раствора хромовокислого калия. Титруют раствором азотнокислого серебра, энергично встряхивая до появления исчезающего красновато-коричневого окрашивания.

Проводят контрольный опыт, добавляя 1 см³ раствора хромовокислого калия к 50 см³ 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/дм³ раствора азотнокислого серебра, израсходованный при контрольном определении, см³;

V_1 — объем 0,01 моль/дм³ раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование пробы для анализа, см³;

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 см³ прозрачного водного экстракта, полученного по ГОСТ 21119.2 (методом горячей или холодной экстракции), в дистилляционную колбу (п. 3.3) и разбавляют 150 см³. Добавляют 3 г сплава Дерварда и 30 см³ раствора гидроксида натрия (п. 2.4) и сразу же закрывают прибор. В приемник помещают 2 см³ соляной кислоты и 30 см³ воды. Медленно нагревают колбу до начала реакции и продолжают нагрев в течение 30 мин для поддержания реакции. Затем отгоняют приблизительно 70 см³ жидкости, охлаждая приемник проточной водой.

Доливают дистиллят водой до 250 см³ и переносят 5 см³ в цилиндр Несслера. Разбавляют до 50 см³, добавляют 1 см³ реактива Несслера и проводят сравнение цвета по эталонному раствору, приготовленному путем добавления из бюретки раствора хлористого аммония.

Проводят контрольное определение, используя 50 см³ дистиллированной воды.

7.2. Обработка результатов

Содержание водорастворимых нитратов в пересчете на NO₃ 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, см³;

V_1 — объем раствора хлористого аммония, требуемый для испытания образца, см³;

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:

- тип и марку испытуемого пигмента;
- ссылку на настоящий стандарт;
- все отклонения, внесенные в указанный метод, по согласованию или по другим причинам;
- используемый метод получения водного экстракта (метод горячей или холодной экстракции);
- результаты испытаний в соответствии с пп. 5.2, 6.2, 7.2;
- 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	3.1a
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.