

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. Электронагреватель, обеспечивающая температуру нагрева $(800 \pm 20)^\circ\text{C}$.

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 не 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 гидроокиси 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:

- 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	3.1a
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.