

РЕАКТИВЫ

Методы определения цветности жидких химических реагентов и растворов реагентов

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 реагентов и растворов реагентов:

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 реагентов 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.

Т а б л и ц а 1

Цветовая шкала	Цветовой оттенок шкалы	Единица измерения цветности
1. Йодная	Желто-коричневый	1 мг I_2 /100 см ³
2. Бихроматная	Желтый	1 мг $K_2Cr_2O_7$ /100 см ³
3. Платиново-кобальтовая (по Ха- зену)	Желто-коричневый	1 мг Pt + 0,5 мг Co/1000 см ³
4. Медь-железо-кобальт-бихромат- ная	Интервал оттенков (коричне- вый, желтый, зеленый, красный)	1,56 см ³ смеси основных раство- ров по табл. 4

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. Реактивы, растворы и посудайод по ГОСТ 4159—79, ч. д. а.;
калий йодистый по ГОСТ 4232—74, х. ч.;

С. 2 ГОСТ 14871—76

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, Изд. № 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 мерных колбах в соответствии с табл. 2.

Т а б л и ц а 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 Готовят по ГОСТ 18522—93	1 (K ₂ Cr ₂ O ₇)	Допускается для разбавления применять воду или серную кислоту других концентраций
3. Платиново-кобальтовая (по Хазену)	Навеску сернокислой меди, соответствующую 6,000 г CuSO ₄ · 5H ₂ O, растворяют в растворе серной кислоты и доводят объем раствора этой же кислотой до 100 см ³	60,00 (CuSO ₄ · 5H ₂ O)	Содержание FeCl ₃ · 6H ₂ O, CoCl ₂ · 6H ₂ O, CuSO ₄ · 5H ₂ O, K ₂ Cr ₂ O ₇ определяют непосредственно перед приготовлением растворов. Допускается в величину навески вводить соответствующую поправку
4. Медь-железо-кобальт-бихроматная	Навеску хлорного железа, соответствующую 4,500 г FeCl ₃ · 6H ₂ O, растворяют в растворе серной кислоты и доводят объем раствора этой же кислотой до 100 см ³ Навеску хлористого кобальта, соответствующую 6,000 г CoCl ₂ · 6H ₂ O, растворяют в растворе серной кислоты и доводят объем раствора этой же кислотой до 100 см ³ Навеску двухромовокислого калия, соответствующую 0,490 г K ₂ Cr ₂ O ₇ , растворяют в растворе серной кислоты и доводят объем раствора этой же кислотой до 100 см ³	45,00 (FeCl ₃ · 6H ₂ O) 60,00 (CoCl ₂ · 6H ₂ O) 4,90 (K ₂ Cr ₂ O ₇)	

(Измененная редакция, Изд. № 1).

ГОСТ 14871—76 С. 3

1.3.1а. Приготовленные основные растворы помещают в сухие склянки с притертymi 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.

Т а б л и ц а 3

Показатель цветности	Наименование шкалы			
	Йодная, мг $J_2/100 \text{ см}^3$		Бихроматная, мг $K_2Cr_2O_7/100 \text{ см}^3$	
	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	—	—	—	—

П р и м е ч а н и е. 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.

Т а б л и ц а 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.

С. 4 ГОСТ 14871—76

Т а б л и ц а 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 реагент.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3.3. Растворы сравнения цветовых шкал, помещенные в ампулы или герметично закрытые пробирки (в объемах 5 или 20 см³), 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 реагента или его раствора определяют сравнением его окраски с окраской цветовой шкалы (раствора сравнения).

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

1.4.3. Отсутствие окраски устанавливают визуальным сравнением 20 см³ анализируемого реагента или его раствора с 20 см³ 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 см³ 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 реагента или его раствора растворам цветовых шкал определяют визуальным сравнением 20 см³ растворов, помещенных в одинаковые пробирки из бесцветного стекла диаметром 20—30 мм в проходящем свете на фоне молочного стекла или сравнением 5 см³ 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 реагента или его раствора принимают показатель цветности раствора сравнения определенной цветовой шкалы, имеющей такую же окраску. Если показатель цветности анализируемого раствора является промежуточным между двумя соседними растворами сравнения, выраженным 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 реагентов 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 реагента 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.

Т а б л и ц а 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 градиро-вочного графика указывают в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).