

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КРАСИТЕЛИ ОРГАНИЧЕСКИЕ И ПИГМЕНТЫ
НЕОРГАНИЧЕСКИЕГОСТ
21119.10—75

Метод определения содержания золы

Взамен
ГОСТ 9390—60
в части разд. 4
и ГОСТ 11279—65
в части разд. 13Organic dyestuffs and inorganic pigments.
Method for determination of ash contentПостановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28 августа 1975 г. № 2276
дата введения установлена

01.01.77

Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 27.12.91 № 2239

Настоящий стандарт распространяется на органические красители и устанавливает метод определения содержания золы прокаливанием и прокаливанием с обработкой серной кислотой.

1. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

1.1. Для определения содержания золы применяют:
 тигель фарфоровый по ГОСТ 9147—80;
 эксикатор по ГОСТ 25336—82, исполнение 2;
 печь муфельную;
 кислоту серную по ГОСТ 4204—77, х.ч. или ч.д.а.;
 кислоту азотную концентрированную по ГОСТ 4461—77, х.ч. или ч.д.а.;
 аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, х.ч. или ч.д.а.;
 кальций хлористый технический по ГОСТ 450—77, прокаленный.

2. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

2.1. Определение содержания золы прокаливанием

2.1.1. Около 5 г испытуемого продукта взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г в фарфоровом тигле, прокаленном до постоянной массы. Тигель ставят на асбестированную сетку и осторожно, не допуская воспламенения в тигле, сжигают его содержимое, пока продукт не обуглится. Затем прокаливают сначала на горелке (в верхней части пламени), а потом в муфельной печи при 700—800 °С до постоянной массы.

Перед каждым взвешиванием тигель с золой охлаждают в эксикаторе над прокаленным хлористым кальцием (всегда в течение одинакового интервала времени). Взвешивания производят с погрешностью не более 0,0002 г.

Если продукт трудно сгорает (т. е. после прокаливания на горелке остаются видимые на глаз частицы угля), то для полного сгорания необходимо добавить в тигель с золой несколько капель азотной кислоты или 2—3 кристаллика азотнокислого аммония, затем удалить избыточную кислоту нагреванием тигля на сетке и снова прокалить в верхней части пламени горелки, а затем в муфельной печи.

2.2. Определение содержания золы прокаливанием с обработкой серной кислотой

2.2.1. Около 5 г испытуемого продукта взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г в фарфоровом тигле, прокаленном до постоянной массы. Затем в тигель прибавляют по каплям серную

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

Переиздание. Ноябрь 1998 г.

© Издательство стандартов, 1975

© ИПК Издательство стандартов, 1999

кислоту до полного смачивания навески. Тигель ставят на асбестированную сетку и медленно нагревают до удаления избытка серной кислоты (прекращение выделения белого дыма). Затем прокаливают на горелке в окислительной части пламени, а потом в муфельной печи при 800–850 °С до постоянной массы.

Перед каждым взвешиванием тигель с золой охлаждают в эксикаторе над прокаленным хлористым кальцием (всегда в течение одинакового интервала времени). Взвешивания производят с погрешностью не более 0,0002 г.

Если после обработки серной кислотой и прокаливанием в пламени горелки в тигле остаются частицы угля, в тигель прибавляют несколько капель серной и азотной кислоты и вновь нагревают и прокаливают в пламени горелки. Эту операцию повторяют до тех пор, пока в золе не исчезнут видимые частицы угля.

3. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

3.1. Содержание золы (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — масса навески испытуемого продукта, г;

m_1 — масса прокаленного тигля, г;

m_2 — масса прокаленного тигля с золой, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать значений, указанных в таблице.

Содержание золы, %	Допускаемое расхождение между параллельными определениями относительно среднего результата определения, %
До 0,1	20
Св. 0,1 » 2,0	10
» 2,0	5