Издание официальное

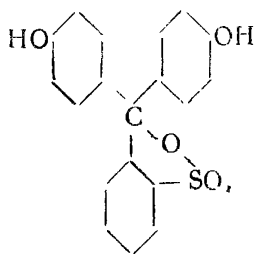
Всесоюзный Комитет Стандартов при Совете Министров СССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ОБЩЕСОЮЗНЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 4599—49
	Индикаторы ФЕНОЛОВЫЙ КРАСНЫЙ	Химическая промышленность Л52

Феноловым красным называют фенолсульфофталеин.

Препарат представляет собой порошок красного цвета, трудно растворимый в воде, легко растворимый в этиловом спирте и растворах щелочей с образованием малиново-красных растворов.

Эмпирическая формула: $C_{19}H_{14}O_5S$.

Структурная формула:



Молекулярный вес (по международным атомным весам 1947 г.) — 354, 37.

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

1. Феноловый красный должен удовлетворять следующим физико-химическим показателям:

Наименование показателей	Нормы
а) Содержание фенолового красного в %%, не менее	95,8
б) Содержание влаги в %%, не более	2
в) Остаток после прокаливания в %%, не более	0,7
г) Растворимость в щелочном растворе	Полная
д) Интервал перехода окраски от желтой к красной в pH	6,8—8,4

Внесен Министерством здравоохранения СССР	Утвержден Всесоюзным Комитетом Стандартов 1.I/I 1949 г.	Срок введения 1/V 1949 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Перепечатка воспрещена

Цена 30 коп.

II. ОТБОР ПРОБ

2. Отбор проб производят по ГОСТ 3885—47. Общий вес отобранной пробы должен быть не менее 20 *г*.

III. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

3. Определение содержания фенолового красного

а) *Применяемые реактивы и растворы:*

Аммиак водный по ГОСТ 3760—47, 5%-ный раствор.

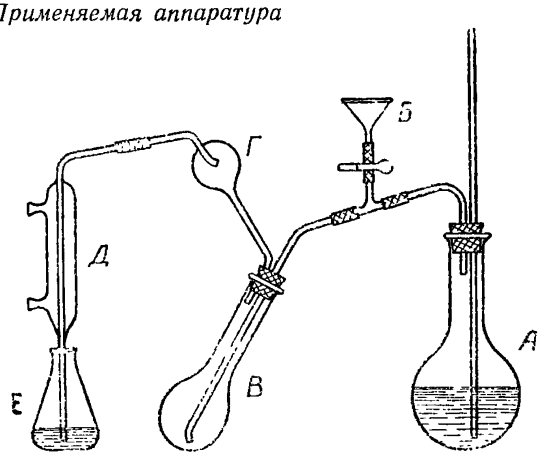
Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, 0,1 н раствор.

Натр едкий по ГОСТ 4328—48, 1 н и 0,1 н растворы.

Метиловый красный по ОСТ НКТП 2856, 0,2%-ный спиртовый раствор.

Вода дестиллированная.

б) *Применяемая аппаратура*



Прибор для отгонки аммиака (см. чертеж) состоит из круглодонной колбы *А* (парообразователя), закрытой пробкой с проходящей через нее трубкой, отводящей пар, и предохранительной трубкой. При помощи резиновых трубок и тройника колба *А* соединена с колбой Кьельдаля *В* и воронкой *Б*, спуск с которой по резиновому соединению перекрыт металлическим зажимом. Колба *В* закрыта пробкой с проходящей через нее трубкой, подводящей пар ко дну колбы *В*, и трубкой брызгоуловителя *Г* (насадки Кьельдаля). Трубка, отводящая пары из брызгоуловителя, соединена с водяным холодильником *Д*, конец которого опущен почти до дна приемника *Е*.

в) *Описание определения*

1 *г* фенолового красного взвешивают с точностью до 0,0002 *г*, растворяют в 20 *мл* раствора аммиака, переливают раствор в мерную колбу емкостью 100 *мл*, доводят объем водой до метки и фильтруют.

20 *мл* фильтрата вливают в колбу *В* прибора для отгонки аммиака (см. чертеж) и ведут процесс в следующей последовательности.

Нагревают воду в парообразователе *А* и, когда вода закипит, начинают нагревать содержимое колбы *В*.

Отгонку ведут в течение 15—20 мин., собирая погон в стакан. Чтобы убедиться в полноте отгонки свободного аммиака, 10 капель погона принимают в пробирку, в которую предварительно налито 10 *мл* воды, 0,1 *мл* раствора соляной кислоты и 1—2 капли раствора метилового красного.

Если от 10 капель погона жидкость в пробирке сохраняет красную окраску, считают что аммиак отогнан.

В противном случае перегонку продолжают до полноты отгонки аммиака, убеждаясь в этом, как указано выше.

После отгонки свободного аммиака в приемник *Е* наливают 25 *мл* раствора соляной кислоты и ставят его под холодильник *Д* так, чтобы конец холодильника был опущен в жидкость. Через воронку *Б* в колбу *В* вливают 10 *мл* 1 н раствора едкого натра и отгонку ведут в течение 30 мин. После чего конец холодильника, находящийся в приемнике, выводят из жидкости, обмывают его сверху водой, дают стечь еще 8—10 каплям погона (для промывания трубки с внутренней стороны) и отгонку прекращают.

Избыток кислоты в приемнике *Е* оттитровывают 0,1 н раствором едкого натра в присутствии индикатора метилового красного.

Содержание фенолового красного в процентах (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(v - v_1) \cdot 0{,}03544 \cdot 100 \cdot 100}{20 \cdot G} = \frac{17{,}72\ (v - v_1)}{G},$$

где:

v — объем точно 0,1 н раствора соляной кислоты, взятый в приемник, в *мл*;

v_1 — объем точно 0,1 н раствора едкого натра, пошедший на титрование избытка кислоты, в *мл*;

G — навеска фенолового красного в *г*;

0,03544 — количество фенолового красного, соответствующее 1 *мл* точно 0,1 н раствора соляной кислоты, в *г*.

4. Определение содержания влаги. 1 *г* фенолового красного взвешивают с точностью до 0,0002 *г* в тарированном бюксе и сушат в сушильном шкафу при температуре 105—110°С до постоянного веса.

Содержание влаги в процентах (X_1) вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{(G_1 - G_2) \cdot 100}{G},$$

где:

G — навеска фенолового красного в *г*;

G_1 — вес бюкса с навеской до сушки в *г*;

G_2 — вес бюкса с навеской после сушки в *г*.

5. Определение остатка после прокаливания. 1 *г* фенолового красного взвешивают с точностью до 0,0002 *г* в тарированном тигле, смачивают 0,5 *мл* серной кислоты, уд. в. 1,84 (по ГОСТ 4204—48), и нагревают на песочной бане до прекращения выделения паров серной кислоты, после чего прокаливают на пламени горелки до постоянного веса.

Содержание остатка после прокаливания в процентах (X_2) вычисляют по формуле:

$$X_2 = \frac{(G_1 - G_2) \cdot 100}{G},$$

где:

G — навеска фенолового красного в *г*;

G_1 — вес тигля с остатком в *г*;

G_2 — вес тигля в *г*.

6. Определение растворимости в щелочном растворе. 0,1 *г* фенолового красного, предварительно растертого в ступке, взвешивают с точностью до 0,01 *г*, растворяют при перемешивании в 2,8 *мл* 0,1 н раствора едкого натра (по ГОСТ 4328—48), переводят раствор в мерную колбу емкостью 500 *мл*, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают.

Полученный раствор должен быть прозрачным, темнокрасного цвета и не содержать нерастворимого осадка.

7. Определение интервала перехода окраски

а) *Применяемые реактивы и растворы:*

Кислота лимонная пищевая по ГОСТ 908—41.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 4172—48. «х. ч.»

Натрий тетраборнокислый (бура) по ГОСТ 4199—48,«х. ч.»

Кислота борная по ГОСТ 2629—44.

Вода дестиллированная, не содержащая углекислоты, готовят по ГОСТ 4517—48.

0,1 м раствор лимонной кислоты. 21,01 *г* лимонной кислоты (не выветрившейся) помещают в мерную колбу емкостью 1 *л*, растворяют при перемешивании в воде, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают.

0,2 м раствор $Na_2HPO_4 . 2H_2O$. Около 80 *г* двузамещенного фосфорнокислого натрия помещают в фарфоровую чашку, нагревают на водяной бане при помешивании до тех пор, пока расплавившаяся масса не высохнет. Соль досушивают в эксикаторе над хлористым кальцием до постоянного веса. 35,6 *г* полученной соли помещают в мерную колбу емкостью 1 *л*, растворяют при перемешивании в воде, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают.

0,2 м раствор борной кислоты. 12,368 *г* борной кислоты, перекристаллизованной из воды и высушенной при комнатной температуре до постоянного веса, помещают в мерную колбу емкостью 1 *л*, растворяют при перемешивании в воде, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают.

0,05 м раствор буры. 19,0717 *г* буры, перекристаллизованной из воды и высушенной в эксикаторе над расплывающимся бромистым натрием до постоянного веса, помещают в мерную колбу емкостью 1 *л*, растворяют при перемешивании в воде, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают.

Все приготовленные растворы предохраняют от углекислоты воздуха при помощи трубок с натронной известью.

Буферные растворы готовят смешением полученных растворов в следующих количествах:

0,1 м раствора лимонной кислоты *мл*	0,2 м раствора $Na_2HPO_4 . 2H_2O$ *мл*	0,05 м раствора буры *мл*	0,2 м раствора борной кислоты *мл*	Водородный показатель буферного раствора pH
3,08	6,92	—	—	6,4
2,72	7,28	—	—	6,6
—	—	0,3	9,7	6,77
—	—	0,6	9,4	7,09
—	—	1,0	9,0	7,36
—	—	3,0	7,0	8,08
—	—	3,5	6,5	8,20
—	—	4,5	5,5	8,41
—	—	5,5	4,5	8,60

Примечание. Буферные растворы рекомендуется проверять электрометрически.

б) *Описание определения*

Подбирают 9 пробирок бесцветного стекла и одинакового диаметра, хорошо моют, пропаривают и высушивают. В отдельные пробирки наливают буферные растворы, отвечающие различным значениям pH: 6,4; 6,6; 6,77; 7,09; 7,36; 8,08; 8,20; 8,41; 8,60, по 2 капли раствора фенолового красного (приготовленного по п. 6) и определяют на-глаз окраску.

Если:

а) буферные растворы с pH = 6,4 и 6,6 одинаково окрашены в желтый цвет;

б) в буферном растворе с pH = 6,77 наблюдается первое изменение окраски в сторону красного цвета;

в) с увеличением pH от 7,09 до 8,20 красный цвет буферных растворов становится интенсивнее;

г) буферный раствор с pH = 8,41 имеет преобладающий красный цвет, а буферный раствор с pH = 8,60 имеет одинаковую с ним окраску,

то считают, что феноловый красный соответствует стандарту.

IV. УПАКОВКА И МАРКИРОВКА

8. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—47, вид упаковки 1 или 6.

Препарат фасуют весом нетто 0,005; 0,010 и 0,025 *кг*.

Л25512 Стандартгиз. Подп. к печ. 28/III 1949 г. Тир. 3000

Тип. «Московский печатник», Зак. 460