МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КРАСИТЕЛИ ОРГАНИЧЕСКИЕ

НИГРОЗИН СПИРТОРАСТВОРИМЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

Е

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.08.78 № 2286**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 9307—69**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 12.1.007—76	3.2
ГОСТ 12.4.011—89	3.3
ГОСТ 12.4.103—83	3.3
ГОСТ 450—77	5.4.1
ГОСТ 1770—74	5.3.1; 5.4.1; 5.6.1; 5.9.1; 5.10.1
ГОСТ 2226—88	6.1
ГОСТ 2405—88	5.4.1
ГОСТ 3118—77	5.6.1
ГОСТ 3956—76	5.4.1
ГОСТ 4160—74	5.6.1
ГОСТ 4197—74	5.6.1
ГОСТ 4233—77	5.9.1
ГОСТ 4328—77	5.9.1
ГОСТ 4517—87	5.6.1
ГОСТ 4919.1—77	5.9.1
ГОСТ 6613—86	2.2; 5.8
ГОСТ 6709—72	5.6.1
ГОСТ 6732.1—89	4.1
ГОСТ 6732.2—89	5.1
ГОСТ 6732.3—89	6.1
ГОСТ 6732.4—89	6.2
ГОСТ 6732.5—89	6.3
ГОСТ 9147—80	5.4.1; 5.6.1; 5.9.1
ГОСТ 9338—80	6.1
ГОСТ 12026—76	5.10.1
ГОСТ 13830—97	5.9.1
ГОСТ 14870—77	5.5
ГОСТ 16922—71	5.3.2
ГОСТ 17065—94	6.1
ГОСТ 18300—87	5.3.1; 5.4.1
ГОСТ 21119.4—75	5.8
ГОСТ 21119.10—75	5.7
ГОСТ 24104—88	5.3.1; 5.4.1; 5.6.1; 5.9.1; 5.10.1
ГОСТ 25336—82	5.3.1; 5.4.1; 5.6.1; 5.9.1; 5.10.1
ГОСТ 25794.3—83	5.6.1
ГОСТ 28498—90	5.4.1; 5.6.1

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)**

6. **ИЗДАНИЕ (март 2002 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1984 г., сентябре 1988 г. (ИУС 7—84, 1—89)**

УДК 668.8:006.354 Группа Л23

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Красители органические

НИГРОЗИН СПИРТОРАСТВОРИМЫЙ

Технические условия

ГОСТ 9307—78

Organic dyes. Alcohol soluble nigrosine. Specifications

ОКП 24 6322

Дата введения 01.07.79

Настоящий стандарт распространяется на органический краситель — нигрозин спирторастворимый, предназначенный для лакокрасочной промышленности — марка А и для окраски пресс-порошков в производстве пластических масс — марка Б.

Настоящий стандарт устанавливает требования к красителю, изготовляемому для нужд народного хозяйства и экспорта.

1. ХАРАКТЕРИСТИКА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА

1.1. Для каждой марки красителя утверждают стандартный образец в установленном порядке.

Стандартный образец подлежит замене вновь приготовленным и утвержденным образцом через каждые пять лет.

Концентрацию стандартного образца принимают за 100 %.

2. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

2.1. Краситель должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту и образцам, утвержденным в установленном порядке.

2.2. По физико-химическим показателям краситель должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма для марки	
	А ОКП 24 6322 9013	Б ОКП 24 6322 9014
1. Внешний вид	Однородный порошок черного цвета	
2. Концентрация по отношению к стандартному образцу, %, не менее	100	100
3. Растворимость в этиловом спирте, %, не менее	11	7
4. Массовая доля воды, %, не более	3,0	4,5
5. Массовая доля анилина, %, не более	0,7	0,8
6. Массовая доля золы, %, не более	2,0	2,0
7. Массовая доля остатка после сухого просеивания на сите с сеткой № 016 К (ГОСТ 6613), %, не более	0,5	0,5
8. Кислотность вытяжки раствором поваренной соли с массовой долей 10 %	Выдерживает испытание по п. 5.9	Не нормируют
9. Окраска нефрасовой вытяжки	Соответствует стандартному образцу	Не нормируют

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

Е

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 2002

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. Нигрозин спирторастворимый — горючее вещество, температура самовоспламенения аэрогеля: марка А — 619 °С, марка Б — 590 °С; пылевоздушная смесь взрывоопасна, нижний концентрационный предел воспламенения: марка А — 47 г/м³, марка Б — 43 г/м³. Средство пожаротушения — тонкораспыленная вода.

3.2. Нигрозин спирторастворимый — вещество умеренно-опасное, 3-й класс опасности, ГОСТ 12.1.007. Пыль красителя может вызывать раздражение кожных покровов, слизистых оболочек и дыхательных путей. Следует ежесменно проводить влажную уборку помещения.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. При отборе проб, испытании и применении красителя необходимо принимать меры, предупреждающие его пыление. Следует применять индивидуальные средства защиты от попадания красителя на кожные покровы, слизистые оболочки и проникновения его пыли в органы дыхания и пищеварения по ГОСТ 12.4.011 и ГОСТ 12.4.103, а также соблюдать меры личной гигиены. Удаление продукта с кожи и слизистых производить водой.

Для обеспечения безопасности помещение, где проводится работа с красителем, должно быть оборудовано общеобменной приточно-вытяжной вентиляцией. Над местами выделения пыли должны быть оборудованы укрытия с местной вытяжной вентиляцией.

Технологический процесс необходимо механизировать.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

4.1. Правила приемки — по ГОСТ 6732.1.

5. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

5.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 6732.2. Масса средней пробы должна быть не менее 100 г.

5.2. Внешний вид красителя определяют визуально.

5.3. Определение концентрации красителя

5.3.1. *Аппаратура и реактивы*

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высший сорт.

Фотоэлектроколориметр любой марки.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104* или другие с аналогичными метрологическими характеристиками.

Стаканы по ГОСТ 25336.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 50 или 100 см³.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.3.2. *Проведение испытания*

Концентрацию красителя определяют по ГОСТ 16922, разд. 2, ускоренным методом. При этом взвешивают по 0,05 г испытуемого красителя и стандартного образца.

Результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Навески помещают в стаканчики и растворяют в 20 см³ этилового спирта.

Растворы количественно переносят в мерные колбы вместимостью 100 см³ и растворяют встряхиванием колбочек в течение 10 мин, объем растворов доводят до метки этиловым спиртом и тщательно перемешивают.

По 2 см³ полученных растворов переносят пипеткой в мерные колбы вместимостью 50 см³, объем растворов доводят этиловым спиртом до метки и тщательно перемешивают.

Оптическую плотность растворов стандартного образца и испытуемого красителя определяют на фотоэлектроколориметре (светофильтр зеленый, длина волны около 530 нм, кювета с толщиной поглощающего свет слоя 5 мм). В качестве раствора сравнения применяют этиловый спирт.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата измерения ±2 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция,Изм. № 1, 2).

---

* С 01.07.2002 г. вводится в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

5.4. Определение растворимости в этиловом спирте

5.4.1. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высший сорт.

Воронка Бюхнера № 1 по ГОСТ 9147.

Фильтр обеззоленный «белая лента».

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104 или другие с аналогичными метрологическими характеристиками.

Колба типа Кн по ГОСТ 25336 вместимостью 100 см^3.

Колба с тубусом по ГОСТ 25336.

Цилиндр по ГОСТ 1770.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный по ГОСТ 28498.

Стаканчики для взвешивания типов СВ, СН по ГОСТ 25336.

Шкаф сушильный электрический лабораторный любого типа, поддерживающий температуру в пределах ±5 °С.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Кальций хлористый технический (прокаленный) по ГОСТ 450 или силикагель по ГОСТ 3956.

Баня водяная.

Вакуумметр или мановакуумметр по ГОСТ 2405.

5.4.2. *Проведение испытания*

Взвешивают 6,0 г испытуемого красителя. Результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака. Навеску помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3 с пришлифованной пробкой, добавляют 30 см^3 спирта, закрывают пробкой и энергично взбалтывают в течение 10 мин.

После этого колбу помещают в водяную баню при 25 °С на 10 мин, а затем колбу встряхивают и смесь фильтруют на воронке Бюхнера через обеззоленный фильтр при вакууме не ниже 53,3 кПа (400 мм рт. ст.). Фильтрат собирают в колбу с тубусом.

В стаканчике для взвешивания, высушенном до постоянной массы при (75±5) °С, взвешивают 3 г фильтрата. Результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Открытый стаканчик с фильтратом и крышку помещают в сушильный шкаф и сушат до постоянной массы при (75±5) °С.

Перед каждым взвешиванием стаканчик с осадком и закрытой крышкой охлаждают в эксикаторе над прокаленным хлористым кальцием в течение одинакового интервала времени.

5.4.3. *Обработка результатов*

Растворимость красителя в этиловом спирте (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — масса навески фильтрата, г;

m_1 — масса стаканчика, г;

m_2 — масса стаканчика с сухим остатком, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое абсолютных значений двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результатов измерений ±0,4 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

5.5. Массовую долю воды определяют по ГОСТ 14870, разд. 4.

Взвешивают 20 г красителя. Результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака.

5.4.1—5.5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

5.6. Определение массовой доли анилина

5.6.1. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Калий бромистый по ГОСТ 4160, ч. д. а.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, х. ч., раствор концентрации c ($NaNO_2$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), приготовленный по ГОСТ 25794.3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага йодкрахмальная; готовят по ГОСТ 4517.

Воронка Бюхнера № 3 по ГОСТ 9147.

Фильтр обеззоленный «белая лента».

Весы лабораторные общего назначения 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104 или другие с аналогичными метрологическими характеристиками.

Колба с тубусом по ГОСТ 25336.

Стаканы типа В по ГОСТ 25336 вместимостью 600 см³ и 2 дм³.

Цилиндры по ГОСТ 1770.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный по ГОСТ 28498.

Бюретка 2-го класса точности вместимостью 50 см³.

5.6.2. *Проведение испытания*

Взвешивают 10 г испытуемого красителя.

Результаты взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака. Навеску помещают в стакан вместимостью 600 см³, приливают 200 см³ воды и 30 см³ соляной кислоты, размешивают до полного смачивания нигрозина и затем полученную суспензию нагревают до кипения.

Нагретую до кипения суспензию фильтруют на воронке Бюхнера через обеззоленный фильтр. Осадок промывают 1 дм³ горячей 80—90 °С воды. Фильтрат и промывные воды из колбы с тубусом количественно переносят в стакан вместимостью 2 дм³, охлаждают до 15—20 °С.

Взвешивают 5 г бромистого калия. Результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака.Бромистый калий добавляют в стакан с фильтратом и титруют при этой температуре раствором азотистокислого натрия до появления устойчивого синего пятна в пробе на йодкрахмальной бумаге, сохраняющегося при повторном нанесении пробы раствора через 5 мин. Параллельно проводят контрольный опыт в тех же условиях, помещая в стакан для титрования 1200 см³ воды и 30 см³ соляной кислоты.

5.6.3. *Обработка результатов*

Массовую долю анилина (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}009312 \quad 100}{m},$$

где m — масса навески,г;

V — объем раствора точной концентрации c ($NaNO_2$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.),израсходованный на титрование в основном опыте,см³;

V_1 — объем раствора точной концентрации c ($NaNO_2$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.),израсходованный на титрование в контрольном опыте,см³;

0,009312 — количество анилина, соответствующее 1 см³ раствора точной концентрации c ($NaNO_2$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.),г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,02 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата измерений ±0,015 % при доверительной вероятности P = 0,95.

5.7. Массовую долю золы определяют по ГОСТ 21119.10, с обработкой серной кислотой. Допускается нагревание проводить на электроплитке.

5.8. Массовую долю остатка после сухого просеивания на сите с сеткой № 016 К (ГОСТ 6613) определяют по ГОСТ 21119.4, разд. 2.

Взвешивают 10 г испытуемого красителя. Результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака.

5.9. Определение кислотности вытяжки раствором поваренной соли с массовой долей 10 %

5.6.1—5.9. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

5.9.1. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Соль поваренная пищевая по ГОСТ 13830* «Экстра» или натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор с массовой долей поваренной соли 10 %.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 51574—2000.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч., раствор концентрации c (NaOH) = 0,01 моль/дм³ (0,01 н.).

Воронка Бюхнера № 3 по ГОСТ 9147.

Метиловый оранжевый (индикатор), раствор готовят по ГОСТ 4919.1.

Фильтр обеззоленный «белая лента».

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или другие с аналогичными метрологическими характеристиками.

Колбы типа Кн по ГОСТ 25336 вместимостью 100 и 250 см³.

Цилиндр по ГОСТ 1770.

Колба с тубусом по ГОСТ 25336.

Пипетка 2-го класса точности вместимостью 50 см³.

Бюретка 2-го класса точности вместимостью 50 см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5.9.2. *Проведение испытания*

Взвешивают 10 г красителя.Результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака. Навеску помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 100 см³ раствора поваренной соли и взбалтывают в течение 5 мин до полного смачивания нигрозина. Полученную массу фильтруют на воронке Бюхнера под вакуумом через обеззоленный фильтр. Фильтрат собирают в колбу с тубусом.

50 см³ полученного фильтрата переносят пипеткой в коническую колбу вместимостью 100 см³, добавляют 3—4 капли метилового оранжевого и титруют раствором гидроокиси натрия до перехода окраски раствора из розовой в оранжевую.

Раствор гидроокиси натрия прибавляют по каплям. Расход его не должен превышать 2 см³. Кислотность должна быть не более 0,015 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.10. Определение окраски нефрасовой вытяжки

Взвешивают 2 г красителя. Результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака. Навеску помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ с притертой пробкой, добавляют 20 см³ нефраса С2-80/120 или С3-80/120 по НТД и взбалтывают в течение 5 мин, после чего фильтруют через складчатый фильтр в сухую пробирку из бесцветного стекла.

Таким же образом готовят нефрасовую вытяжку из стандартного образца нигрозина и помещают в такую же пробирку.

Сравнивают визуально интенсивность окраски нефрасовых вытяжек из стандартного образца и испытуемого красителя.

Окраска нефрасовой вытяжки из испытуемого красителя должна быть не интенсивнее окраски нефрасовой вытяжки из стандартного образца.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5.10.1. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или другие с аналогичными метрологическими характеристиками.

Колба типа Кн по ГОСТ 25336 вместимостью 100 см³.

Цилиндр по ГОСТ 1770.

Воронка по ГОСТ 25336.

Пробирка по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Нефрас С2-80/120 или С3-80/120 по НТД.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

6. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

6.1. Упаковка — по ГОСТ 6732.3.

Краситель упаковывают в фанерные барабаны типа I вместимостью 93 и 50 дм³ по ГОСТ 9338 или в картонные навивные барабаны типа I вместимостью 50 дм³ по ГОСТ 17065, или в фанерно-штампованные бочки типа II вместимостью 50 дм³ по НТД.

При упаковывании красителя в фанерные барабаны в качестве вкладыша применяют бумажные мешки марки ПМ по ГОСТ 2226 или бумажные двухслойные мешки из оберточной бумаги, а при

упаковывании в фанерно-штампованные бочки — полиэтиленовые вкладыши или бумажные мешки по ГОСТ 2226.

По согласованию с потребителем при упаковывании красителя в картонные навивные и фанерные барабаны допускается применять полиэтиленовые вкладыши, а также упаковывание в другую тару, обеспечивающую сохранность продуктов.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

6.2. Маркировка — по ГОСТ 6732.4 с нанесением манипуляционного знака «Беречь от влаги».

6.3. Транспортирование и пакетирование — по ГОСТ 6732.5.

6.2, 6.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

6.4. Краситель хранят в упаковке изготовителя в закрытых складских помещениях.

7. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

7.1. Изготовитель гарантирует соответствие красителя требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения и транспортирования.

7.2. Гарантийный срок хранения красителя — 6 мес со дня изготовления.

7.1, 7.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000 Подписано в печать 05.06.2002. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,76.
Тираж 56 экз. С 6138. Зак. 204.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов

gost.e-ecolog.ru