ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КРАСИТЕЛИ ОРГАНИЧЕСКИЕ.

СЕРНИСТЫЙ ЧЕРНЫЙ В ПАСТЕ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 5065—73

Издание официальное

БЗ 1—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 668.8:006.354 Группа Л23

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Красители органические

СЕРНИСТЫЙ ЧЕРНЫЙ В ПАСТЕ

Технические условия

ГОСТ 5065—73

Organic dyes. Sulphur black paste. Specifications

ОКП 24 6162 9010

Дата введения с 01.01.75

Настоящий стандарт распространяется на органический краситель сернистый черный, выпускаемый в виде пасты.

Краситель предназначен для крашения хлопкового и вискозного волокон.

Ассортимент волокон и изделий из них, подлежащих окрашиванию данным красителем, устанавливается в зависимости от их назначения, в соответствии с показателями устойчивости окраски, которые обеспечиваются этим красителем.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. ХАРАКТЕРИСТИКА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА

1.1. Стандартный образец красителя утверждают в установленном порядке.

Концентрацию стандартного образца принимают за 110 %.

Стандартный образец подлежит замене вновь приготовленным и утвержденным образцом через один год.

Стандартный образец хранят в герметически закрытой стеклянной таре в сухом затемненном помещении.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.2. Устойчивость окраски на хлопчатобумажной ткани к физико-химическим воздействиям приведена в табл. 1.

Таблица 1

Процент окраски	Степень устойчивости окраски, балл, в отношении						
	света	дистиллированной воды	стирки в растворе мыла и соды при (40±2) °С	пота	глажения с запариванием	трения (закрашивание белой хлопчатобумажной ткани) сухого	органических растворителей, применяемых при химической чистке
3	4—5	4/5/5	4/4—5/5	4/5/5	4/5/5	3—4	4/5/5
12	5—6	4/5/5	4/4—5/5	4/5/5	4/5/5	3	4/5/5

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1973
© ИПК Издательство стандартов, 1998
Переиздание с Изменениями

2. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2.2. **(Исключен, Изм. № 2).**

2.3. По физико-химическим показателям краситель сернистый черный должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 2.

Таблица 2

Наименование показателя	Норма
1. Внешний вид	Паста густой консистенции или твердая масса черного цвета
2. Концентрация по отношению к стандартному образцу, %	100—110
3. Оттенок	Соответствует стандартному образцу
4. Массовая доля примесей, нерастворимых в растворе сернистого натрия, %, не более	0,60
5. Массовая доля свободной серы в сухом продукте, %, не более	0,4
6. **(Исключен, Изм. № 1).** 7, 8. **(Исключены, Изм. № 3).**	

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 6732.1.

3.2. Партия должна состоять из красителя одной концентрации.

3.3. **(Исключен, Изм. № 3).**

3.4. Массовую долю свободной серы в сухом продукте изготовитель определяет один раз в месяц.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

4.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 6732.2.

Масса средней лабораторной пробы должна быть не менее 1 кг.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Внешний вид красителя оценивают визуально.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.3. Концентрацию и оттенок красителя определяют визуально, сравнивая выкраски на хлопчатобумажной ткани, произведенные испытуемым красителем, со стандартным образцом. Сравнительное крашение проводят по ГОСТ 7925 (разд. 3) в концентрации 3 и 12 %.

Навеска красителя — 2,0000 г.

Оптимальная температура крашения — (95±1) °С.

Оценку окрашенных образцов проводят по ГОСТ 7925 (разд. 6).

При разногласиях в оценке концентрации красителя определение концентрации проводят по спектрам отражения.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.3.1—4.3.3. **(Исключены, Изм. № 1).**

4.3а. Определение концентрации сернистого черного по спектрам отражения

4.3а.1. *Сущность метода*

Определение концентрации основано на сравнении функции поглощения света стандартного и испытуемого образцов.

В качестве функции поглощения применяется функция Кубелки-Мунка — к/s. При этом для расчета величины функции к/s используется коэффициент отражения R с учетом поправки на отражение поверхности окрашенной ткани — a и должны быть выполнены условия: спектры отражения стандартного и испытуемого образцов должны быть аналогичны, в исследуемом интервале концентраций должна выполняться линейная зависимость между функцией поглощения и массовой долей красителя С.

4.3а.2. *Аппаратура*

Регистрирующий спектрофотометр любой марки (СФ-18, СФ-14 и так далее) с 10 %-ной шкалой или фотометр типа лейкометра Цейса.

4.3а.3. *Проведение испытания*

Готовят две серии выкрасок стандартным образцом красителя в концентрации, соответствующей 8,0; 10,0; 12,0; 16,0; 18,0 %-ным выкраскам для определения поправки на отражение поверхности окрашенной ткани, которая является постоянной для данного стандартного образца и определяется один раз, а затем используется для всех испытуемых образцов.

Готовят две серии выкрасок стандартным и испытуемым образцами в концентрации 12 %.

Производят измерение коэффициента отражения при длине волны $\lambda = 440$ нм в 8—10 местах выкрасок. Для измерений выкраски должны быть сложены в 4 раза.

4.3а.4. *Обработка результатов*

Величину коэффициента отражения определяют как среднее арифметическое из 8—10 измерений.

Значение поправки на отражение поверхности окрашенной ткани a определяют из зависимости коэффициента отражения окрашенной ткани R_1 от обратной величины концентрации 1/С.

Расчет a производится по методу наименьших квадратов или графически (см. черт. 1).

Пример расчета поправки a приведен в приложении 1.

Значение коэффициента отражения R определяют по формуле

$$R = R_1 - a,$$

где R_1 — коэффициент отражения окрашенной ткани;

a — поправка на отражение поверхности окрашенной ткани.

Величины к/s находят по таблицам, используя значения R, приведенные в приложении 2.

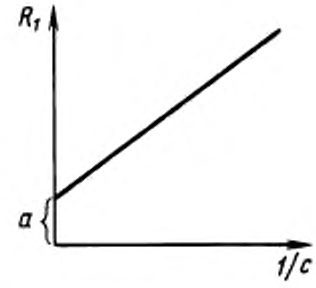
Оценка красящей концентрации испытуемых образцов красителя S_0 в % по отношению к стандартному образцу производится по формуле

$$S_0 = \frac{100 \text{ к/s (образца)}}{\text{к/s (стандарта)}},$$

где к/s (образца) — функция поглощения света для испытуемого образца;

к/s (стандарта) — функция поглощения света для стандартного образца.

Пример расчета красящей концентрации приведен в приложении 3.



Черт. 1*

4.3а (4.3а.1—4.3а.4.). **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

4.4. Определение массовой доли примесей, нерастворимых в растворе сернистого натрия:

4.4.1. *Аппаратура, материалы, реактивы и растворы.*

натрий сернистый (сульфид натрия) по ГОСТ 2053 или натрий сернистый технический по ГОСТ 596, раствор с массовой долей 1,5 % (в пересчете на 100 %-ный безводный продукт) отстоянный и профильтрованный;

свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027, раствор с массовой долей 2 %;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

бумага фильтровальная, пропитанная раствором уксуснокислого свинца;

фильтр обеззоленный «белая лента»;

воронка Бюхнера 3,4 по ГОСТ 9147;

стаканчик СН-45/13 по ГОСТ 25336;

---

* Черт. 2. **(Исключен, Изм. № 3).**

колба Кн-500 по ГОСТ 25336;
цилиндр 1—100, 150 по ГОСТ 1770;
термометр ТЛ-24;
термошкаф;
весы лабораторные по ГОСТ 24104, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.
(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.4.2. *Проведение испытания*

Около 3 г испытуемого красителя, взвешенного с точностью до второго десятичного знака, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, снабженную воздушным холодильником длиной около 50 см и диаметром около 1 см, и растворяют в 100 см^3 раствора сернистого натрия при нагревании в течение 20 мин на кипящей водяной бане. К раствору прибавляют 150 см^3 горячей воды (95 °С) и раствор сразу же фильтруют на воронке Бюхнера под разрежением через обеззоленный фильтр, предварительно промытый 100 см^3 нагретой до кипения воды и высушенный в стаканчике при 95—100 °С до постоянной массы. Диаметр фильтра должен быть на 3—4 см больше диаметра воронки. Фильтр вкладывают в воронку в виде «корзиночки». При фильтровании раствора под этот фильтр подкладывают другой, который не сушат и не взвешивают.

Осадок на фильтре промывают горячим (85—90 °С) раствором сернистого натрия до получения бесцветного или слабо-голубого фильтрата, а затем — нагретой до кипения водой до отрицательной реакции на ион серы (проба на бумагу, пропитанную раствором уксуснокислого свинца). Фильтр с осадком помещают в тот же стаканчик и сушат при 95—100 °С до постоянной массы. Взвешивание проводят с точностью до четвертого десятичного знака.

4.4.3. *Обработка результатов*

Массовую долю примесей, нерастворимых в растворе сернистого натрия, (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — масса навески испытуемого красителя, г;
m_1 — масса бюксы и фильтра, г;
m_2 — масса бюксы и фильтра с высушенным осадком, г.

Допускаемые расхождения между абсолютными результатами двух параллельных определений не должны превышать 0,02 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата определения 0,05 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

4.5. Определение массовой доли свободной серы в сухом продукте

4.5.1. *Аппаратура, материалы, реактивы и растворы:*

углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288;
натрий сернистокислый безводный по ГОСТ 195;
кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор с массовой долей 10 %;
формалин технический по ГОСТ 1625;
йод по ГОСТ 4159 с молярной концентрацией йода в растворе 0,1 моль/дм^3;
крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 0,5 %;
вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
бумага индикаторная универсальная;
стаканчик СН-45/13 по ГОСТ 25336;
колба К-1 — 250, 500 по ГОСТ 25336;
холодильник ХПТ, ХШ по ГОСТ 25336;
цилиндр 1—10, 50, 100, 500 по ГОСТ 1770;
весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

4.5.2. *Проведение испытания*

5—10 г испытуемого красителя, высушенного до постоянной массы при 60—70 °С и тщательно растертого, взвешивают с точностью до второго десятичного знака, помещают в круглодонную колбу вместимостью 250 см^3 со шлифом, прибавляют 150 см^3 четыреххлористого углерода и содержимое колбы кипятят с обратным холодильником на водяной бане в течение 2 ч. Затем содержимое колбы охлаждают до 18—20 °С, фильтруют на стеклянной воронке через беззольный фильтр и промывают в несколько приемов 100 см^3 четыреххлористого углерода. Фильтрат и промывную жидкость количественно собирают в круглодонную колбу вместимостью 500 см^3. Колбу присоединяют к прямому холодильнику и отгоняют четыреххлористый углерод на водяной бане или колбонагревателе. Затем в колбу прибавляют 2,5 г натрия сернистокислого, 50 см^3 воды и кипятят содержимое колбы с обратным

холодильником до полного растворения серы. После этого содержимое колбы охлаждают до 18—20 °С, прибавляют 10 см³ формалина, раствор уксусной кислоты до слабокислой реакции по универсальной индикаторной бумаге (pH 4—5), выдерживают в течение 5 мин и титруют образовавшийся тиосульфат натрия раствором йода в присутствии крахмала до появления слабо-синей окраски.

4.5.3. *Обработка результатов*

Массовую долю свободной серы в сухом продукте (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{0{,}0032 \cdot V \cdot 100}{m},$$

где m — навеска испытуемого красителя, г;

V — объем раствора йода молярной концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,0032 — количество серы, соответствующее 1 см³ раствора йода молярной концентрации точно 0,1 моль/дм³, г.

Допускаемые расхождения между абсолютными результатами двух параллельных определений не должны превышать 0,02 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата определения 0,05 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

4.4.2—4.5.3. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

4.6, 4.6.1—4.6.4. **(Исключены, Изм. № 1).**

4.7—4.7.3. **(Исключены, Изм. № 3).**

4.8. Устойчивость окраски на хлопчатобумажной ткани к физико-химическим воздействиям определяют по ГОСТ 9733.0, ГОСТ 9733.1, ГОСТ 9733.4, ГОСТ 9733.5, ГОСТ 9733.6, ГОСТ 9733.7, ГОСТ 9733.13, ГОСТ 9733.27.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Упаковка — по ГОСТ 6732.3.

Краситель упаковывают в стальные барабаны исполнения Б по ГОСТ 5044 вместимостью 100 л.

5.2. Маркировка — по ГОСТ 6732.4.

5.3. Транспортирование и пакетирование — по ГОСТ 6732.5.

5.4. Краситель хранят в упакованном виде в закрытых складских помещениях.

Разд. 5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие красителя требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения красителя — шесть месяцев со дня изготовления.

6.1, 6.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

7. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

7.1. Краситель — непожароопасен. Пыль сухого красителя пожароопасна в условиях возникшего пожара.

Средство пожаротушения — тонкораспыленная вода.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

7.2. Краситель — вещество умеренно опасное, 3-й класс опасности по ГОСТ 12.1.007. При попадании в организм человека вызывает изменения нервной системы, печени, почек и крови. Кожу и слизистые оболочки раздражает слабо.

Помещения, в которых проводятся работы с красителем, должны быть оборудованы общеобменной вентиляцией.

7.3. При работе с красителем необходимо максимально исключать контакт работающего с продуктом. При отборе проб, испытании и применении красителя следует применять индивидуальные средства защиты от попадания красителя на кожные покровы, слизистые оболочки и проникновения пыли сухого красителя в органы дыхания и пищеварения по ГОСТ 12.4.011, ГОСТ 12.4.103, а также соблюдать меры личной гигиены. Удаление красителя с кожи и слизистых производить водой.

7.2, 7.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Справочное

ПРИМЕР РАСЧЕТА ПОПРАВКИ *a*

Готовят две серии выкрасок стандартным образцом красителя партии № 362 в концентрациях 8, 10, 12, 14, 16, 18 %. Измеряют коэффициент отражения каждой выкраски в 8 местах с последующим усреднением, результаты которого приведены в табл. 1. Строят график зависимости R_1 от 1/С. Отрезок, отсекаемый на оси ординат, является поправкой *a* и равен 2,5.

Таблица 1

C	1/C	R_1
8	0,125	5,10
10	0,100	4,55
12	0,083	4,26
14	0,071	4,02
16	0,062	3,85
18	0,056	3,64

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

Таблица зависимости к/s от *R*

% *R*	к/s	% R	к/s	% R	к/s
0,0	—	5,0	9,02	10,0	4,05
0,1	499	5,1	8,83	10,1	4,00
0,2	249	5,2	8,64	10,2	3,95
0,3	166	5,3	8,46	10,3	3,91
0,4	124	5,4	8,29	10,4	3,86
0,5	99	5,5	8,12	10,5	3,81
0,6	82,3	5,6	7,96	10,6	3,77
0,7	70,4	5,7	7,80	10,7	3,73
0,8	61,5	5,8	7,65	10,8	3,68
0,9	54,6	5,9	7,50	10,9	3,64
1,0	49,0	6,0	7,36	11,0	3,60
1,1	44,5	6,1	7,23	11,1	3,56
1,2	40,7	6,2	7,10	11,2	3,52
1,3	37,5	6,3	6,97	11,3	3,48
1,4	34,7	6,4	6,84	11,4	3,44
1,5	32,3	6,5	6,73	11,5	3,41
1,6	30,3	6,6	6,61	11,6	3,37
1,7	28,4	6,7	6,50	11,7	3,33
1,8	26,8	6,8	6,39	11,8	3,30
1,9	25,3	6,9	6,28	11,9	3,26
2,0	24,0	7,0	6,18	12,0	3,23
2,1	22,8	7,1	6,08	12,1	3,19
2,2	21,7	7,2	5,98	12,2	3,16
2,3	20,8	7,3	5,89	12,3	3,13
2,4	19,85	7,4	5,79	12,4	3,09
2,5	19,01	7,5	5,70	12,5	3,06
2,6	18,24	7,6	5,62	12,6	3,03
2,7	17,53	7,7	5,53	12,7	3,00
2,8	16,87	7,8	5,45	12,8	2,97
2,9	16,26	7,9	5,37	12,9	2,94
3,0	15,68	8,0	5,29	13,0	2,91
3,1	15,14	8,1	5,21	13,1	2,88
3,2	14,64	8,2	5,14	13,2	2,85
3,3	14,17	8,3	5,07	13,3	2,83
3,4	13,72	8,4	4,99	13,4	2,80
3,5	13,30	8,5	4,93	13,5	2,77
3,6	12,91	8,6	4,86	13,6	2,74
3,7	12,53	8,7	4,79	13,7	2,72
3,8	12,18	8,8	4,73	13,8	2,69
3,9	11,84	8,9	4,66	13,9	2,67
4,0	11,52	9,0	4,60	14,0	2,64
4,1	11,22	9,1	4,54	14,1	2,62
4,2	10,93	9,2	4,48	14,2	2,59
4,3	10,65	9,3	4,42	14,3	2,57
4,4	10,39	9,4	4,37	14,4	2,54
4,5	10,13	9,5	4,31	14,5	2,52
4,6	9,89	9,6	4,26	14,6	2,50
4,7	9,66	9,7	4,20	14,7	2,48
4,8	9,44	9,8	4,15	14,8	2,45
4,9	9,23	9,9	4,10	14,9	2,43

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Справочное

ПРИМЕР РАСЧЕТА КРАСЯЩЕЙ КОНЦЕНТРАЦИИ

Готовят две серии выкрасок стандартным образцом красителя партии № 392 и испытуемым образцом партии 960 в концентрации 12 %. При λ = 440 нм определяют коэффициенты отражения R_1. R_1 стандартного образца 4,2 и 4,18; R_1 испытуемого образца 4,00 и 3,94.

Находят средние значения: среднее значение R стандартного образца — 4,19, испытуемого образца — 3,97.

Рассчитывают величину R по формуле: $R=R_1-a$, используя найденное ранее значение a =2,5.

R стандартного образца:

4,19—2,5 = 1,69

R испытуемого образца:

3,97—2,5 = 1,47

По таблицам зависимости к/s от R находят значения к/s для стандартного и испытуемого образцов: 28,59 и 33,02 соответственно.

По полученным значениям к/s рассчитывают концентрацию:

$$S_0 = \frac{100 \cdot \text{к/s (образца)} = 100 \cdot 33{,}02}{\text{к/s (стандарта) } 28{,}59} = 115\% .$$

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

   РАЗРАБОТЧИКИ

   М.А. Чекалин, М.Г. Романова (руководитель темы), **В.Е. Шанина** (руководитель темы), **Е.Г. Кази, Н.С. Сальникова, Ю.Э. Бригидер, С.Т. Рашевская, З.Г. Кочеткова**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 10.08.73 № 1962**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 5065—49**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 12.1.007—76	7.2
ГОСТ 12.4.011—89	7.3
ГОСТ 12.4.103—83	7.3
ГОСТ 61—75	4.5.1
ГОСТ 195—77	4.5.1
ГОСТ 596—89	4.4.1
ГОСТ 1027—67	4.4.1
ГОСТ 1625—89	4.5.1
ГОСТ 1770—74	4.4.1, 4.5.1
ГОСТ 2053—77	4.4.1
ГОСТ 4159—79	4.5.1
ГОСТ 5044—79	5.1
ГОСТ 6709—72	4.4.1, 4.5.1
ГОСТ 6732.1—89	3.1
ГОСТ 6732.2—89	4.1
ГОСТ 6732.3—89	5.1
ГОСТ 6732.4—89	5.2
ГОСТ 6732.5—89	5.3
ГОСТ 7925—75	4.3
ГОСТ 9147—80	4.4.1
ГОСТ 9733.0—83	4.8
ГОСТ 9733.1—91	4.8
ГОСТ 9733.4—83	4.8
ГОСТ 9733.5—83	4.8
ГОСТ 9733.6—83	4.8
ГОСТ 9733.7—83	4.8
ГОСТ 9733.13—83	4.8
ГОСТ 9733.27—83	4.8
ГОСТ 10163—76	4.5.1
ГОСТ 20288—74	4.5.1
ГОСТ 24104—88	4.4.1, 4.5.1
ГОСТ 25336—82	4.4.1, 4.5.1

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в апреле 1979 г., июне 1984 г., феврале 1989 г. (ИУС 5—79, 10—84, 5—89)**

Редактор *М.И.Максимова*
Технический редактор *Н.С.Гришанова*
Корректор *В.Е.Нестерова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 08.07.98. Подписано в печать 12.08.98. Усл.печ.л. 1,40. Уч.-изд.л. 0,95.
Тираж 140 экз. С/Д 5989. Зак. 646.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru