МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КРАСИТЕЛИ ДИСПЕРСНЫЕ

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

Издание официальное

БЗ 12—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 668.8.001.4:006.354 Группа Л29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КРАСИТЕЛИ ДИСПЕРСНЫЕ

Методы испытаний

ГОСТ 25993—83

Disperse dyes. Test methods

ОКСТУ 2409

Дата введения 01.01.85

Настоящий стандарт распространяется на дисперсные красители, применяемые для крашения полиэфирных, полиамидных и ацетатных волокон и устанавливает следующие методы испытаний:

определение концентрации и оттенка;

определение степени дисперсности;

определение устойчивости дисперсии;

определение температуры замерзания.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. При испытании используют реактивы квалификации «Технический» и дистиллированную воду такой же чистоты.

1.2. Все навески красителя берут с точностью до четвертого десятичного знака, реактивы — с точностью до второго десятичного знака.

1.3. Допускаемые отклонения температуры должны быть не более 2 °С и времени — не более 2 мин, величины pH ±0,2.

1.2, 1.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

1.4. **(Исключен, Изм. № 1).**

2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ И ОТТЕНКА

2.1. Сущность метода

Сущность метода заключается в визуальном сравнении образцов, окрашенных одновременно и в одинаковых условиях испытуемым красителем и стандартным образцом.

2.2. Аппаратура, материалы, реактивы и растворы

Аппарат механический с сосудами для крашения, вместимостью не менее 125 $см^3$, обеспечивающий температуру крашения от 40 до 130 °С.

Допускается применение красящей бани для крашения полиамидного и ацетатного волокна.

pH-метр.

Колба мерная вместимостью 1000 $см^3$.

Волокно полиэфирное в любой форме переработки.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1983
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

Волокно полиамидное (полиамид-6) в любой форме переработки.

Волокно ацетатное (2 $^1/_2$ ацетатное) в любой форме переработки.

Бумага индикаторная универсальная.

Средство моющее неионогенное типа ОП-10 из группы алкилполиоксиэтиленовых эфиров, раствор с массовой долей 0,2 %.

Кислота уксусная синтетическая по ГОСТ 19814, раствор с массовой долей 5 %.

Диспергатор НФ марки А по ГОСТ 6848.

Натр едкий технический по ГОСТ 2263, раствор с массовой долей 32,5 %.

Гидросульфит натрия безводный технический по ГОСТ 246.

Сульфат аммония по ГОСТ 10873, раствор с массовой долей 10 %.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г, 2-го класса точности.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498 или термометр ртутный стеклянный лабораторный по НД с диапазоном измерения 0—100 °С, с ценой деления 0,2 °С.

Натрий фосфорнокислый 12-водный ч. д. а. по ГОСТ 9337.

Сода кальцинированная техническая по ГОСТ 5100.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных.

2.1, 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3. Подготовка к испытанию

2.3.1. *Приготовление растворов*

2.3.1.1. Раствор моющий

2 г неионогенного моющего средства типа ОП-10 и 2 г среднего фосфорнокислого натрия ч. д. а. или кальцинированной соды помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, разбавляют водой, перемешивают до полного растворения компонентов, доводят объем водой до метки и тщательно перемешивают.

2.3.1.2. Восстанавливающий раствор

Около 4 г раствора едкого натра с массовой долей 32,5 %, 1—2 г гидросульфита натрия и 1 г неионогенного моющего средства типа ОП-10 растворяют в дистиллированной воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят объем водой до метки.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3.2. *Подготовка к крашению полиэфирного волокна*

Около (5,0±0,1) г полиэфирного волокна взвешивают и обрабатывают его в течение 20 мин при модуле ванны 1:40 в моющем растворе (п. 2.3.1.1), нагретом до 80 °С. Обработанное волокно промывают в теплой 40—45 °С воде, а затем в холодной проточной воде комнатной температуры, пока промывная вода не станет нейтральной (проба индикаторной бумагой).

Допускается уменьшение массы образцов до 2 г с соответствующими пересчетами.

2.3.3. *Подготовка к крашению полиамидного и ацетатного волокон*

Около (5,0±0,1) г полиамидного или ацетатного волокна взвешивают и обрабатывают в течение 15—20 мин при модуле ванны 1:40 в растворе с массовой долей 0,2 % моющего неионогенного средства типа ОП-10 из группы алкилполиоксиэтиленовых эфиров, нагретом до 75 °С или 60 °С для полиамидного ацетатного волокна соответственно. Обработанное волокно промывают в теплой 40—45 °С воде, а затем в холодной проточной воде комнатной температуры, пока промывная вода не станет нейтральной (проба индикаторной бумагой).

Допускается уменьшение массы образцов до 2 г с соответствующими пересчетами.

2.3.2, 2.3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4. Проведение испытания

2.4.1. *Условия крашения*

Условия крашения указаны в табл. 1.

Таблица 1

Вид волокна	Масса красителя по отношению к массе волокна, %				Массовая концентрация диспергирующего вещества, г/дм³	Величина pH красильной ванны, ед. pH	Температура крашения, °С	Время крашения, мин	Модуль ванны
	черный	темно-синий	коричневый	остальные цвета					
Полиэфирное	4	2	2	1	1	до pH 4,5	130	60	1:40
Полиамидное	2	2	1	1	1		95	60	1:40
Ацетатное	4	2	2	1	1		75	60	1:40

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4.2. *Крашение полиэфирного волокна*

2.4.2.1. Количество испытуемого красителя и стандартного образца, а также концентрация испытуемого красителя в зависимости от его цвета указаны в табл. 2.

Таблица 2

Цвет красителя	Количество стандартного образца в ванне			Концентрация испытуемого красителя по отношению к стандартному образцу	Количество испытуемого красителя в ванне		
	по отношению к массе волокна, %	масса, г	в пересчете на суспензию с массовой долей 0,5 %, см³		по отношению к массе волокна, %	масса, г	в пересчете на суспензию с массовой долей 0,5 %, см³
Черный	4,20	0,2100	42,0	105	—	—	—
	4,00	0,2000	40,0	100	4,0	0,2000	40
	3,80	0,1900	38,0	95	—	—	—
Темно-синий	2,10	0,1050	21,0	105	—	—	—
	2,00	0,1000	20,0	100	2,0	0,1000	20
Коричневый	1,90	0,0950	19,0	95	—	—	—
Остальные цвета	1,05	0,0525	10,5	105	—	—	—
	1,00	0,0500	10,0	100	1,0	0,0500	10
	0,95	0,0475	9,5	95	—	—	—

Примечание. При работе с красителем, концентрация которого отличается от 100 %, навеска берется с учетом его концентрации.

Концентрацию стандартного образца принимают за 100 %.

2.4.2.2. Испытуемый краситель и стандартный образец взвешивают, как указано в табл. 2, переносят количественно в сосуды для крашения.

Допускается дозирование красителя в виде суспензии с массовой долей 0,5 % при помощи пипетки в объеме согласно табл. 2.

2.4.2.3. Каждую пробу испытуемого красителя и стандартного образца смешивают с 2 см³ раствора диспергатора и тщательно перемешивая, прибавляют постепенно теплую дистиллированную воду до получения суспензии объемом 200 см³. К приготовленной суспензии добавляют раствор уксусной кислоты или сульфата аммония с уксусной кислотой и доводят до pH 4,5, проверяя pH-метром. Затем в каждый сосуд помещают по одному образцу полиэфирного волокна, подготовленного, как указано в п. 2.3.2.

2.4.2.4. Сосуды помещают в аппарат, доводят температуру до 130 °С в течение 45—60 мин и проводят крашение в условиях, указанных в табл. 1.

После охлаждения аппарата до 80 °С образцы волокна вынимают и промывают в теплой 40—45 °С воде, а затем в холодной проточной воде комнатной температуры до получения бесцветных промывных вод и проводят восстановительную обработку окрашенных образцов волокна.

2.4.2.5. Для проведения восстановительной обработки окрашенные образцы волокна помещают в

красильную ванну с восстанавливающим раствором, приготовленным по п. 2.3.1.2, модуль ванны 1:40.

Температуру ванны доводят до 65—70 °С и при этой температуре при непрерывном перемешивании выдерживают образцы в течение 20—30 мин, затем образцы промывают в теплой 40—45 °С воде, а затем в холодной проточной воде до получения бесцветных промывных вод.

2.4.2.6. Образцы волокна моют в растворе с массовой долей 0,2 % моющего неионогенного средства типа ОП-10 из группы алкилполиоксиэтиленовых эфиров при модуле ванны 1:40, температуре 70—80 °С в течение 20 мин. Затем образцы промывают водой так же, как после восстановительной обработки, и сушат при температуре не выше 60 °С.

2.4.2.1—2.4.2.6. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4.3. *Крашение полиамидного волокна*

2.4.3.1. Количество испытуемого красителя и стандартного образца, а также концентрация испытуемого красителя в зависимости от его цвета указаны в табл. 3.

Таблица 3

Цвет красителя	Количество стандартного образца в ванне			Концентрация испытуемого красителя по отношению к стандартному образцу, %	Количество испытуемого красителя в ванне		
	по отношению к массе волокна, %	масса, г	в пересчете на 0,5 %-ную суспензию, $см^3$		по отношению к массе волокна, %	масса, г	в пересчете на 0,5 %-ную суспензию $см^3$
Черный	2,2 2,0	0,110 0,100	22 20	110 100	2,0	0,100	20
Темно-синий	1,8	0,090	18	90			
Остальные цвета	1,1 1,0 0,9	0,055 0,050 0,045	11 10 9	110 100 90	1,0	0,050	10

Концентрацию стандартного образца принимают за 100 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4.3.2. Испытуемый краситель и стандартный образец взвешивают, как указано в табл. 3, и переносят количественно в сосуды для крашения. Допускается дозирование красителя в виде суспензии с массовой долей 0,5 % при помощи пипетки. Объем суспензии указан в табл. 3.

2.4.3.3. Каждую пробу испытуемого красителя и стандартного образца смешивают с 2 $см^3$ раствора диспергатора и, тщательно перемешивая, прибавляют постепенно теплую дистиллированную воду до получения суспензии объемом 200 $см^3$. Затем в каждый сосуд помещают по одному образцу полиамидного волокна, подготовленного, как указано в п. 2.3.3.

2.4.3.4. Сосуды помещают в аппарат, доводят температуру до 95 °С в течение 40 мин и проводят крашение в условиях, указанных в табл. 1.

2.4.3.5. После крашения образцы волокна вынимают и промывают в теплой 40—45 °С воде, а затем в холодной проточной воде комнатной температуры до получения бесцветных промывных вод и сушат при температуре не выше 60 °С.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4.4. *Крашение ацетатного волокна*

2.4.4.1. Количество испытуемого красителя и стандартного образца, а также концентрация испытуемого красителя в зависимости от его цвета указаны в табл. 2.

2.4.4.2. Испытуемый краситель и стандартный образец взвешивают, как указано в табл. 2, и переносят количественно в сосуды для крашения. Допускается дозирование красителя в виде суспензии с массовой долей 0,5 % при помощи пипетки. Объем суспензии указан в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4.4.3. Каждую пробу испытуемого красителя и стандартного образца смешивают с 2 $см^3$ раствора диспергатора и, тщательно перемешивая, прибавляют постепенно теплую дистиллированную воду

до получения суспензии объемом 200 см³. Затем в каждый сосуд помещают по одному образцу ацетатного волокна, подготовленного, как указано в п. 2.3.3.

2.4.4.4. Сосуды помещают в аппарат, доводят температуру до 75 °С, в течение 40 мин и проводят крашение в условиях, указанных в табл. 1.

2.4.4.5. После крашения образцы волокна вынимают и промывают в теплой 40—45 °С воде, а затем в холодной проточной воде комнатной температуры до получения бесцветных вод и сушат при температуре не выше 60 °С.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.5. Обработка результатов

2.5.1. *Концентрация*

Сравнение окрашенных образцов осуществляется при дневном свете, падающем под углом 45 °.

Допускается освещение равноценным источником искусственного света. После установления соответствия интенсивности испытуемой окраски интенсивности окраски одного из образцов волокна, окрашенных стандартным образцом, определяют концентрацию испытуемого красителя, по табл. 2 или 3.

Допускается расхождение в оценке концентрации ±5 абс. %.

2.5.2. *Оттенок*

Оттенок окраски определяют сравнением образцов, окрашенных с одинаковой интенсивностью испытуемым красителем и стандартным образцом. Сравнение осуществляют, как указано в п. 2.5.1.

Отклонение оттенка окраски образца, окрашенного испытуемым красителем, по сравнению с образцом волокна, окрашенным стандартным образцом описывают, как указано ниже:

соответствует;

незначительно (малозаметно) отклоняется;

несколько отклоняется;

значительно отклоняется;

не соответствует.

Первые три оценки обозначают пригодность красителя к выпуску.

2.5.1, 2.5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТЕПЕНИ ДИСПЕРСНОСТИ

3.1. Определение степени дисперсности методом «капельной пробы»

3.1.1. *Сущность метода*

Сущность метода заключается в нанесении капли суспензии с массовой долей 1 % испытуемого красителя и стандартного образца на фильтровальную бумагу и оценке результата при помощи пятибалльной шкалы.

3.1.2. *Аппаратура, материалы, реактивы*

Пипетка по ГОСТ 29228, вместимостью 0,5 см³, исполнение 1.

Бумага типа Schleicher Schüll 5892 или фильтровальная лабораторная марки ФОБ по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Стакан химический по ГОСТ 25336.

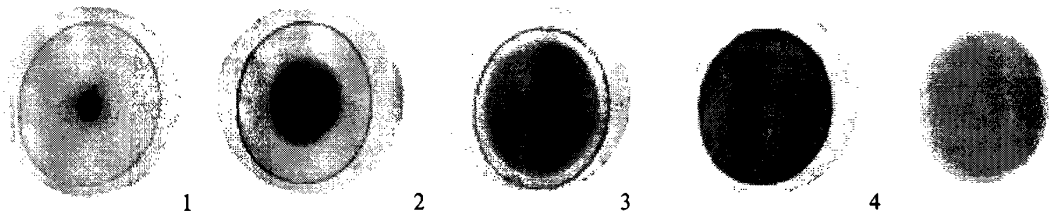
Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 500 г, 4-го класса точности.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.1.3. *Проведение испытания*

3.1.3.1. 2,00 г испытуемого красителя взвешивают и переносят количественно в химический стакан вместимостью 250 см³, тщательно перемешивают с 20 см³ воды и добавляют при перемешивании еще 180 см³ воды. Содержимое стакана делят пополам. Одну порцию используют для определения степени дисперсности методами «капельной пробы» и фильтрования, а вторую оставляют для последующего определения устойчивости дисперсии по разд. 4.

Из первой пробы отбирают пипеткой 0,5 см³ испытуемой суспензии и постепенно по каплям наносят на фильтровальную бумагу марки ФОБ или другую, сходную по качеству, причем последующую каплю наносят после растекания предыдущей на то же место фильтра. Аналогичным образом наносят суспензию стандартного образца. Бумагу оставляют для просушивания, а затем сравнивают расплыв капель между собой с пятибалльной шкалой, показанной на чертеже.



(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.1.3.2. Результат записывают в баллах для испытуемого красителя и стандартного образца и указывают вид применяемой бумаги.

3.2. Определение степени дисперсности методом фильтрования

3.2.1. *Сущность метода*

Сущность метода заключается в фильтровании водной суспензии с массовой долей 1 % испытуемого красителя и стандартного образца через бумагу, наблюдении за процессом фильтрования, а также вида остатка на фильтре и сравнительной оценке результатов в баллах.

3.2.2. *Аппаратура, материалы, реактивы*

Воронка Бюхнера по ГОСТ 9147, № 3.

Бумага типа Schleicher Schüll 5892 или фильтровальная лабораторная марки ФОБ по ГОСТ 12026, или фильтры обеззоленные «красная лента».

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.2.1, 3.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.2.3. *Проведение испытания*

3.2.3.1. Остаток первой порции суспензии, приготовленной по п. 3.1.3.1, фильтруют на воронке Бюхнера с наружным диаметром 100 мм под разрежением через два слоя фильтровальной бумаги марки ФОБ или другой, сходной по качеству, наблюдая за процессом фильтрования.

Аналогично проводят определение для стандартного образца, фильтры оставляют при комнатной температуре для сушки, а затем определяют результат в баллах по шкале, указанной ниже:

5 — суспензия быстро фильтруется и не оставляет на фильтре почти никаких видных частиц красителя;

4 — суспензия фильтруется быстро и хорошо, но в местах отверстий воронки Бюхнера находятся малые остатки красителя в виде тонкого, видимого слоя;

3 — краситель остается в виде тонкого слоя, суспензия сначала фильтруется, а потом поры фильтра забиваются;

2 — видимый слой быстро покрывает весь фильтр;

1 — суспензия разделяется на две фазы, вода фильтруется, а краситель остается на фильтре, осадок после сушки легко осыпается.

3.2.3.2. Результат представляют в баллах для испытуемого красителя и стандартного образца и указывают вид применяемой бумаги.

Допускаемое расхождение в оценке результатов ±0,5 балла.

3.2.3.1, 3.2.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ УСТОЙЧИВОСТИ ДИСПЕРСИИ

4.1. Сущность метода

Сущность метода заключается в нагревании суспензии испытуемого красителя и стандартного образца до температуры кипения, определения после остывания степени дисперсности методами капельной пробы или фильтрования и сравнении результатов с соответствующими результатами, полученными для исходной суспензии по пп. 3.1 и 3.2.

4.2. Проведение испытания

4.2.1. Испытание проводят двумя методами: «капельной пробы» и фильтрования.

4.2.1.1. Суспензию испытуемого красителя и стандартного образца, оставшуюся от испытания по

п. 3.1.3.1, помещают в конические колбы, закрывают покрывными стеклами, доводят до кипения и кипятят в течение 5 мин. Затем оставляют примерно на 2 ч для охлаждения до комнатной температуры. Устойчивость дисперсии определяют методом «капельной пробы» по п. 3.1.3.1 и методом фильтрования по п. 3.2.3.1.

4.2.1, 4.2.1.1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.2.1.2. **(Исключен, Изм. № 1).**

4.2.2. Результат испытания представляют для испытуемого красителя и стандартного образца в баллах, как указано в пп. 3.1.3 и 3.2.3.

Для каждого метода указывают вид бумаги.

5. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ ЗАМЕРЗАНИЯ (для жидкостей)

5.1. Сущность метода

Сущность метода заключается в приготовлении охлаждающей жидкости и измерении температуры замерзания испытуемого красителя.

5.2. Аппаратура, материалы, реактивы

Сосуд Дьюара или стакан по ГОСТ 25336 вместимостью 250 $см^3$.

Пробирка по ГОСТ 25336.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498 или термометр ртутный стеклянный лабораторный по НД с диапазоном измерения от минус 25 °С до плюс 5 °С с ценой деления 0,2 °С.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

Двуокись углерода по ГОСТ 8050 или по ГОСТ 12162.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.3. Проведение испытания

5.3.1. В сосуд Дьюара или стакан наливают 50—150 $см^3$ этилового спирта, а затем постепенно прибавляют куски твердой двуокиси углерода для получения температуры на пять градусов ниже, чем предполагаемая температура замерзания испытуемого красителя. Затем в сосуд Дьюара или в стакан вставляют пробирку с раствором испытуемого красителя и с термометром, помещенным в ней. Затем перемещают термометр и наблюдают понижение температуры.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.3.2. За температуру замерзания принимают температуру, которая в течение 2 мин не изменяется, при этом должен наблюдаться переход жидкой фазы в твердую.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН МИНХИМПРОМОМ СССР МТК 94

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН ВДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 08.12.83 № 5790

Изменение № 1 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 15.04.94 (отчет Технического секретариата № 2)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 246—76	2.2	ГОСТ 12026—76	3.1.2; 3.2.2
ГОСТ 2263—79	2.2	ГОСТ 12162—77	5.2
ГОСТ 5100—85	2.2	ГОСТ 18300—87	5.2
ГОСТ 6709—72	2.2, 3.1.2, 3.2.2	ГОСТ 19814—74	2.2
ГОСТ 6848—79	2.2	ГОСТ 24104—88	2.2; 3.1.2
ГОСТ 8050—85	5.2	ГОСТ 25336—82	3.1.2; 5.2
ГОСТ 9147—80	3.2.2	ГОСТ 28498—90	2.2; 5.2
ГОСТ 9337—79	2.2	ГОСТ 29228—91	3.1.2
ГОСТ 10873—73	2.2		

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

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в марте 1996 г., (ИУС 6—96)

Редактор *М. И. Максимова*
Технический редактор *Н. С. Гришанова*
Корректор *Н. И. Гаврищук*
Компьютерная верстка *Т. В. Александровой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 08.06.99. Подписано в печать 15.07.99. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00.
Тираж 109 экз. С 3325. Зак.1512.

ИПК Издательство стандартов,107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Калужской типографии стандартов на ПЭВМ.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru