



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КРАСИТЕЛИ ОРГАНИЧЕСКИЕ
ИНДУЛИН ЖИРОРАСТВОРИМЫЙ
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4770—77

Издание официальное

БЗ 12—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

Красители органические

ИНДУЛИН ЖИРОРАСТВОРИМЫЙ

Технические условия

ГОСТ
4770—77

Organic dyestuffs. Fat-soluble induline. Specifications

ОКП 24 6324 9010

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт распространяется на органический краситель жирорастворимый индулин, предназначенный для применения в полиграфической промышленности, а также для крашения пластических масс.

1. ХАРАКТЕРИСТИКА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА

1.1. Стандартный образец утверждают в установленном порядке.

Концентрацию стандартного образца красителя принимают за 100 %.

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

2. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

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

Наименование показателя	Норма
1. Внешний вид	Однородный порошок черного цвета
2. Концентрация по отношению к стандартному образцу, %	100
3. Оттенок	Соответствует оттенку стандартного образца
4. Массовая доля воды, %, не более	2,5
5. Массовая доля свободного анилина, %, не более	1,5
6. Массовая доля нерастворимого в скипидаре остатка на сите с сеткой № 008К (ГОСТ 6613), %, не более	0,2
7. Массовая доля остатка после мокрого просеивания на сите с сеткой № 0056К (ГОСТ 6613), %, не более	6,5

Примечание. Допускается до 01.01.91 выпуск жирорастворимого индулина с массовой долей остатка после мокрого просеивания на сите с сеткой № 0056К не более 10 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 6732.1.

3.2. Массовую долю остатка после мокрого просеивания на сите с сеткой № 0056К (ГОСТ 6613) определяют только для жирорастворимого индулина, предназначенного для крашения пластических масс.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

4.2. Внешний вид красителя оценивают визуально.

4.3. Определение концентрации и оттенка красителя по отношению к стандартному образцу

4.3.1. Аппаратура и реактивы

Кислота олеиновая.

Белила цинковые по ГОСТ 202 или окись цинка по ГОСТ 10262.

Олифа натуральная льняная по ГОСТ 7931.

Стакан фарфоровый по ГОСТ 9147, вместимостью 50 см³.

Тигель фарфоровый по ГОСТ 9147, № 3.

Кастрюля фарфоровая по ГОСТ 9147, вместимостью 250 см³.

Пластинки стеклянные бесцветные, размером 10×10 см.

Баня водяная.

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

Термометр ТЛ-2 1-А (Б) 3 по ГОСТ 28498.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.3.2. Подготовка к анализу

Цинковые белила для анализа готовят следующим образом: сухие цинковые белила или окись цинка тщательно смешивают с олифой в соотношении 3 : 2 стеклянной палочкой в фарфоровой кастрюле и заливают холодной водой. Перед проведением анализа воду сливают, оставшиеся белила тщательно перемешивают. Готовят цинковые белила за 24 ч до проведения анализа.

Для анализируемого и стандартного образцов берут цинковые белила из одного смешения.

4.3.3. Проведение анализа

5 г анализируемого красителя (в пересчете на сухой продукт) взвешивают, записывая результат взвешивания в граммах с точностью до второго десятичного знака, и вносят в олеиновую кислоту (12,5 г), предварительно нагретую до 60—80 °С в фарфоровом стакане на песчаной бане.

При постоянном перемешивании при 110—120 °С проводят в течение 30—45 мин сплавление до исчезновения несплавившихся крупинок красителя.

10 г цинковых белил и 0,5 г охлажденного индулинового плава взвешивают, записывая результат взвешивания в граммах с точностью до второго десятичного знака, в фарфоровом тигле, тщательно перемешивают стеклянной палочкой до однородно окрашенной массы. Точно также готовят краску из стандартного образца.

Краски, полученные из анализируемого красителя и стандартного образца, наносят рядом в виде капель диаметром 2 см стеклянной палочкой на стеклянную пластинку. Накрывают капли такой же пластинкой и слегка сдавливают до их соприкосновения.

Концентрацию и оттенок окраски на стекле анализируемого красителя сравнивают визуально при рассеянном дневном свете с концентрацией и оттенком окраски стандартного образца.

Краситель считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если концентрация и оттенок окрасок совпадают или при тщательном сравнении глаз едва замечает некоторое отклонение в оттенке.

Если концентрация окраски красителя не совпадает с концентрацией окраски стандартного образца, готовят новый образец окраски, растирая 0,5 г плава анализируемого красителя с увеличенным или уменьшенным количеством цинковых белил до получения одинаковых концентраций сравниваемых капель. После этого оттенок определяют визуально, а концентрацию вычисляют.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3.4. *Обработка результатов*

Концентрацию анализируемого красителя по отношению к стандартному образцу (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где m — масса цинковых белил, взятая для разбелки плава из анализируемого красителя, г;

m_1 — масса цинковых белил, взятая для разбелки плава из стандартного образца, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 5 %.

4.4. Массовую долю воды определяют по ГОСТ 14870 методом отгонки с органическим растворителем (метод Дина и Старка). Навеска — 20 г, растворитель — толуол или ксилол.

4.5. *Определение массовой доли свободного анилина*

4.5.1. *Аппаратура, реактивы, материалы и растворы*

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

Термометр ТЛ-2 1-А (Б) 3 по ГОСТ 28498.

Колба К-1000ХС по ГОСТ 25336.

Стакан фарфоровый по ГОСТ 9147 вместимостью 2000 см³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. раствор с массовой долей 5 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., концентрированная и раствор с массовой долей 5 %.

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

Натрий азотистоокислый, раствор концентрации $c(\text{NaNO}_2) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 16923; 2-нафтол, раствор с массовой долей 1 % в растворе гидроокиси натрия с массовой долей 5 %.

Бумага йодокрахмальная; готовят по ГОСТ 4517.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.5.2. *Проведение анализа*

Около 10 г анализируемого красителя взвешивают, записывая результат взвешивания в граммах с точностью до второго десятичного знака, помещают в круглодонную колбу, прибавляют 100 см³ раствора гидроокиси натрия и отгоняют анилин с водяным паром. Дистиллят собирают в фарфоровый стакан, куда предварительно вносят 100 см³ раствора соляной кислоты.

Отгонку продолжают до отрицательной реакции на анилин в дистилляте: каплю дистиллята наносят на фильтровальную бумагу, на каплю дистиллята наносят каплю концентрированной соляной кислоты и каплю раствора азотистоокислого натрия; рядом наносят каплю раствора 2-нафтола. В месте соприкосновения вытеков не должна появляться окраска.

Дистиллят охлаждают до 15—20 °С, добавляют 10 г бромистого калия и титруют раствором азотистоокислого натрия до появления устойчивого синего пятна при нанесении пробы на йодокрахмальную бумагу, сохраняющегося при повторном нанесении пробы через 10 мин. Параллельно проводят контрольный опыт в тех же условиях, но без анализируемого красителя, помещая в стакан для титрования 100 см³ раствора соляной кислоты и дистиллированную воду в таком количестве, чтобы объем титруемого раствора был равен объему раствора при основном определении.

4.5.3. *Обработка результатов*

Массовую долю свободного анилина (X_1) в процентах вычисляют по формуле

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

С. 4 ГОСТ 4770—77

где V — объем раствора азотистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование при основном определении, см³;
 V_1 — объем раствора азотистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование при контрольном определении, см³;
 m — масса навески индулина, г;
0,009312 — масса анилина, соответствующая 1 см³ раствора азотистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,15 %.

4.5.2, 4.5.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.6. Определение массовой доли нерастворимого в скипидаре остатка

4.6.1. *Аппаратура и реактивы*

Кислота олеиновая.

Скипидар живичный по ГОСТ 1571.

Эфир петролейный или эфир этиловый.

Стаканы фарфоровые по ГОСТ 9147, вместимостью 50 и 400 см³.

Сетка металлическая № 008К по ГОСТ 6613.

Воронка Бюхнера по ГОСТ 9147, диаметром 65—80 мм.

Баня песчаная.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшими пределами взвешивания 200 и 500 г.

Термометр ТЛ-2 1-А (Б) 3 по ГОСТ 28498.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.6.2. *Проведение анализа*

Около 10 г анализируемого красителя взвешивают, записывая результат взвешивания в граммах с точностью до второго десятичного знака, и вносят в олеиновую кислоту (25 г), предварительно нагретую до 120 °С в фарфоровом стакане вместимостью 50 см³ на песчаной бане. Краситель растворяют при 120 °С (избегая перегрева) в течение 20—30 мин при тщательном размешивании. При наличии нерастворившихся частиц в растворе, время нагрева следует увеличить до полного растворения. Полученную массу охлаждают до 20—22 °С, количественно смывают 250 см³ скипидара в фарфоровый стакан вместимостью 400 см³, перемешивают и фильтруют (без вакуума) на воронке Бюхнера, на дно которой помещают кружок металлической сетки, предварительно высушенный при 80—90 °С до постоянной массы.

Остаток на сетке промывают сначала скипидаром до получения бесцветного или бледно-желтого фильтрата, затем 20—30 см³ эфира. Сетку с остатком сушат при 80—90 °С до постоянной массы. Взвешивание производят, записывая результат взвешивания в граммах с точностью до четвертого десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.6.3. *Обработка результатов*

Массовую долю нерастворимого в скипидаре остатка (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(m_2 - m_1) 100}{m},$$

где m — масса навески индулина, г;

m_1 — масса высушенной сетки, г;

m_2 — масса сетки с высушенным остатком, г.

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

4.7. Массовую долю остатка после мокрого просеивания определяют по ГОСТ 21119.4 (разд. 1).

Просеивание производят на сите с сеткой № 0056К по ГОСТ 6613.

Навеску индулина смачивают 20 см³ 2 %-ного раствора смачивателя НБ по ГОСТ 6867.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Упаковка красителя — по ГОСТ 6732.3. Краситель упаковывают в фанерные барабаны типа I вместимостью 93 и 66 дм³, типа II вместимостью 62 дм³ (ГОСТ 9338) или картонные навивные барабаны типа I вместимостью 50 дм³ (ГОСТ 17065) с полиэтиленовым вкладышем или фанерно-штампованные бочки типа II.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.2. Маркировка — по ГОСТ 6732.4 с нанесением манипуляционного знака «Боится сырости» по ГОСТ 14192 и знака опасности по ГОСТ 19433 (класс 6, подкласс 6.1).

5.3. Транспортирование и пакетирование — по ГОСТ 6732.5.

5.2, 5.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

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

6.2. Гарантийный срок хранения красителя — один год со дня изготовления.

Разд. 6. (Измененная редакция, Изм. № 2).

7. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

7.1. Жирорастворимый индулин — горючее вещество. Температура воспламенения 150 °С. Самовоспламенения продукта до 400 °С не происходит. Пылевоздушная смесь взрывоопасна. Нижний предел взрываемости 10,4 г/м³. Температура самовоспламенения пылевоздушной смеси 1050 °С. В случае загорания тушить тонкораспыленной водой или пеной.

7.2. Индулин жирорастворимый — вещество высокоопасное, 2-й класс опасности по ГОСТ 12.1.007 (из-за наличия свободного анилина).

Предельно допустимая концентрация анилина в воздухе рабочей зоны — 0,1 мг/м³.

Помещения, где проводятся работы с красителем, должны быть оборудованы общеобменной приточно-вытяжной вентиляцией, а рабочие места, где возможны выделения пыли, должны иметь местные вентиляционные отсосы.

Загрузка и выгрузка красителя должны быть механизированы, а оборудование — герметизировано.

Ежесменно следует проводить уборку помещения.

7.3. При отборе проб, анализа и применения жирорастворимого индулина необходимо принимать меры, предупреждающие его пыление. Следует применять индивидуальные средства защиты по ГОСТ 12.4.011 и ГОСТ 12.4.103 от попадания красителя на кожные покровы, слизистые оболочки и проникновения его в органы дыхания и пищеварения.

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

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

М. А. Чекалин, З. И. Сергеева, В. Е. Шанина (руководители темы), В. П. Горин,
В. Н. Горенко, В. И. Пескова, В. П. Соколова, В. А. Павлов

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 7 декабря 1977 г. № 2828

3. ВЗАМЕН ГОСТ 4770—67

4. ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ — 5 лет

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на которые дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на которые дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12 1 007—76	7 2	ГОСТ 7931—76	4 3 1
ГОСТ 12 4 011—89	7 3	ГОСТ 9147—80	4 3 1, 4 5 1, 4 6 1
ГОСТ 12 4 103—83	7 3	ГОСТ 9338—80	5 1
ГОСТ 202—84	4 3 1	ГОСТ 10262—73	4 3 1
ГОСТ 1571—82	4 6 1	ГОСТ 14192—96	5 2
ГОСТ 3118—77	4 5 1	ГОСТ 14870—77	4 4
ГОСТ 6613—86	4 6 1, 4 7	ГОСТ 16923—83	4 5 1
ГОСТ 4160—74	4 5 1	ГОСТ 17065—94	5 1
ГОСТ 4328—77	4 5 1	ГОСТ 19433—88	5 2
ГОСТ 4517—87	4 5 1	ГОСТ 21119 4—75	4 7
ГОСТ 6613—86	2 2, 3 2, 4 6 1, 4 7	ГОСТ 24104—88	4 3 1, 4 5 1, 4 6 1
ГОСТ 6709—72	4 5 1	ГОСТ 25336—82	4 5 1
ГОСТ 6732 1-89 — — ГОСТ 6732 5-89	3 1, 4 1, 5 1, 5 2, 5 3	ГОСТ 28498—90	4 3 1, 4 5 1, 4 6 1
ГОСТ 6867—77	4 7		

6. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 27.10.92 № 1460

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июле 1983 г. и марте 1988 г. (ИУС 10—83, 5—88)

Редактор *Р С Федорова*
Технический редактор *Н С Гришанова*
Корректор *С И Фирсова*
Компьютерная верстка *В Н Романовой*

Изд лиц № 021007 от 10 08 95 Сдано в набор 23 06 98 Подписано в печать 16 07 98 Усл печ л 0,93 Уч -изд л 0,61
Тираж 157 экз С 855 Зак 1250

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