

Изменение № 2 ГОСТ 9307—78 Красители органические. Нигрозин спирторастворимый. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.09.88 № 3328

Дата введения 01.04.89

Пункт 2.2. Таблицу изложить в новой редакции:

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	4,0
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 просевания на сите с сеткой № 016 К (ГОСТ 6613—86), %, 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

Пункт 3.3. Заменить слова: «(респиратор, защитные очки, резиновые перчатки, спецодежду)» на «по ГОСТ 12.4.011—75 и ГОСТ 12.4.103—83».

Пункт 5.3.1. Наименование изложить в новой редакции:

«Аппаратура и реактивы»;

(Продолжение см. с. 212)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9307—78)

дополнить абзацами: «Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104—88 или другие с аналогичными метрологическими характеристиками.

Стаканы по ГОСТ 25336—82.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74 вместимостью 50 или 100 см³;

заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 5.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Концентрацию красителя определяют по ГОСТ 16922—71, 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»; дополнить абзацем: «Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата измерения ± 2 % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 5.4.1. Наименование изложить в новой редакции: «Аппаратура, материалы и реактивы»;

первый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87;

третий абзац. Заменить слова: «беззольный» на «обеззоленный»;

дополнить абзацами: «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—88 или другие с аналогичными метрологическими характеристиками.

Колба типа Кн по ГОСТ 25336—82 вместимостью 100 см³.

Колба с тубусом по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр по ГОСТ 1770—74.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный ТЛ-2 по ГОСТ 215—73.

Стаканчики для взвешивания типа СВ, СН по ГОСТ 25336—82.

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

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Кальций хлористый технический (прокаленный) по ГОСТ 450—77 или силикагель по ГОСТ 3956—76.

Баня водяная.

Вакуумметр или мановакуумметр по ГОСТ 2405—80».

Пункт 5.4.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Взвешивают 6,0 г испытуемого красителя. Результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака. Навеску помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ с притрифованной пробкой, добавляют 30 см³ спирта, закрывают пробкой и энергично взбалтывают в течение 10 мин»;

(Продолжение см. с. 213)

второй абзац. Заменить слово и значение: «беззолный» на «обеззолненный»; «400 мм рт. ст.» на «59,3 кПа (400 мм рт. ст.)»; дополнить словами: «Фильтрат собирают в колбу с тубусом»;

третий абзац изложить в новой редакции: «В стаканчике для взвешивания, высушенном до постоянной массы при $(75 \pm 5)^\circ\text{C}$, 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 $(75 \pm 5)^\circ\text{C}$ »;

четвертый абзац. Заменить слово: «бюксу» на «стаканчик».

Пункт 5.4.3. Заменить слово: «бюксы» на «стаканчика» (2 раза);

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат испытания принимают среднее арифметическое абсолютных значений двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 %»;

дополнить абзацем: «Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результатов измерений $\pm 0,4\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 5.5 изложить в новой редакции: «5.5. Массовую долю воды определяют по ГОСТ 14870—77, разд. 4.

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

Пункт 5.6.1. Наименование изложить в новой редакции:

«Аппаратура, материалы и реактивы»;

пятый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 4517—75 на ГОСТ 4517—87;

заменить слова: «Натрий азотистокислый по ГОСТ 4194—74. х. ч., 0,1 н. раствор, готовят по ГОСТ 16923—83» на «Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, х. ч., раствор концентрации $c(\text{NaNO}_2)=0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), приготовленный по ГОСТ 25794.3—83»; «Фильтр беззолный «белая лента» на «Фильтр обеззолненный «белая лента»»;

дополнить абзацами: «Весы лабораторные общего назначения 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104—88 или другие с аналогичными метрологическими характеристиками.

Колба с тубусом по ГОСТ 25336—82.

Стаканы типа В по ГОСТ 25336—82 вместимостью 600 см³ и 2 дм³.

Цилиндры по ГОСТ 1770—74.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный ТЛ-2 по ГОСТ 215—73.

Бюретка 2-го класса точности по ГОСТ 20292—74 вместимостью 50 см³.

Пункты 5.6.2, 5.6.3 изложить в новой редакции: «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 обеззолненный 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

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

(Продолжение см. с. 214)

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 $\pm 0,015$ % при доверительной вероятности $P=0,95$.

Пункт 5.7. Первый абзац дополнить словами: «Допускается нагревание проводить на электроплитке»;

второй абзац исключить.

Пункты 5.8, 5.9 изложить в новой редакции: «5.8. Массовую долю остатка после сухого просеивания на сите с сеткой № 016 К (ГОСТ 6613—86) определяют по ГОСТ 21119.4—75 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 %».

Пункт 5.9.1. Наименование изложить в новой редакции: «Аппаратура, материалы и реактивы»;

первый, второй абзацы изложить в новой редакции:

«Соль поваренная пищевая по ГОСТ 13830—84 «Экстра» или натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, раствор с массовой долей поваренной соли 10 %.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, х. ч., раствор концентрации c (NaOH) = 0,01 моль/дм³ (0,01 н.)»;

четвертый абзац. Исключить ссылку: «по ГОСТ 10816—64»;

пятый абзац. Заменить слово: «беззолный» на «обеззолненный»;

дополнить абзацами: «Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или другие с аналогичными метрологическими характеристиками.

Колбы типа Кн по ГОСТ 25336—82 вместимостью 100 и 250 см³.

Цилиндр по ГОСТ 1770—74.

Колба с тубусом по ГОСТ 25336—82.

Пипетка по ГОСТ 20292—74 2-го класса точности вместимостью 50 см³.

Бюретка по ГОСТ 20292—74 2-го класса точности вместимостью 50 см³».

Пункт 5.9.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «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 обеззолненный фильтр. Фильтрат собирают в колбу с тубусом»;

пункт дополнить словами: «Кислотность должна быть не более 0,015 %».

Пункт 5.10. Наименование и первый абзац изложить в новой редакции: «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 С 2—80/120 или С 3—80/120 (ГОСТ 443—76) и взбалтывают в течение 5 мин, после чего фильтруют через складчатый фильтр в сухую пробирку из бесцветного стекла»;

второй абзац. Заменить слово: «бензиновую» на «нефрасовую»;

третий абзац. Заменить слово: «бензиновых» на «нефрасовых»;

четвертый абзац. Заменить слово: «бензиновой» на «нефрасовой» (2 раза).

Раздел 5 дополнить пунктом — 5.10.1:

(Продолжение см. с. 215)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9307—78)

«5.10.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или другие с аналогичными метрологическими характеристиками.

Колба типа Кн по ГОСТ 25336—82 вместимостью 100 см³.

Цилиндр по ГОСТ 1770—74.

Воронка по ГОСТ 25336—82.

Пробирка по ГОСТ 25336—82.

(Продолжение см. с. 216)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9307—78)

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76.

Нефрас С2—80/120 или С3—80/120 по ГОСТ 443—76».

Пункт 6.1. Последний абзац дополнить словами: «а также упаковывание в другую тару, обеспечивающую сохранность продуктов».

Пункты 7.1 7.2 изложить в новой редакции: «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.

(ИУС № 1 1989 г.)