

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ДИАЗОЛЬ АЛЫЙ К И ДИАЗОЛЬ РОЗОВЫЙ О

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

FOCT 11827-77

Издание официальное

РАЗРАБОТАН

Научно-исследовательским институтом органических полупродуктов и красителей [НИОПиК]

Зам. директора по научной работе М. А. Чекалин Руководители темы: М. Г. Романова, В. Е. Шанина Исполнители: Н. Н. Красикова, А. М. Ховачева

Заволжским химическим заводом им. М. В. Фрунзе

Главный инженер В. А. Березин
Руководители темы: Б. И. Киссин, Р. Б. Канаева
Исполнитель В. С. Смирнов

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Член коллегии В. Ф. Ростунов

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ Всесоюзным научно-исследовательским институтом стандартизации [ВНИИС]

Директор А. В. Гличев

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26 мая 1977 г. № 1348

диазоль алый к и диазоль розовый о

Технические условия

Diazol scarlet K and diazol pink O. Specifications

FOCT

11827-77

Взамен ГОСТ 11827—66

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26 мая 1977 г. № 1348 срок действия установлен

с 01.07. 1978 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на диазоль алый К и диазоль розовый О, представляющие собой стойкие соли диазосоединений, которые образуют красители на волокне при сочетании с азотолами.

Диазоли предназначены для крашения и печатания хлопчатобумажных и штапельно-вискозных тканей при сочетании с азотолами, способом холодного крашения.

1. ХАРАКТЕРИСТИКА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА

1.1. Для каждого диазоля утверждают стандартный образец. Стандартный образец утверждается в установленном порядке. Стандартный образец подлежит замене вновь приготовленным и утвержденным образцом через один год.

Стандартный образец хранят в затемненном месте в герметически закрываемой банке из темного стекла.

1.2. Устойчивость окраски на хлопчатобумажной ткани к физико-химическим воздействиям при сочетании с азотолом А приведена в табл. 1.

Концентрация компонентов,		Степень устоичивости окраски, балл, в отношении							
азотола А		света	дистилли ро ванной вбды	раствора мыла и соды при 40°С	раствора мыла и соды при 100°С	"пота"	сухого трения (закрашивание белого миткаля)	мокрого вытира- ния	химической чистк и
				Дı	иазоль алы	йΚ			
2,5 10	2 8	3 4—5	4/5/5 5/5/5	4/5/5 4/5/5	3-4/5/5 3-4/4/4	4/5/5 4/5/5	4 3	3 3	5/5/5 5/5/5
				Диа	золь розов	ый О			
2,5 10	2 8	4 5	5/5/5 5/5/5	4/5/5 4/5/5	3/5/5 3/4/4	4/5/5 4/5/5	5 4	3	 45/45/5 45/45/5

2. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

- 2.1. Диазоли должны быть изготовлены в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическим регламентам и образцам, утвержденным в установленном порядке. 2.2. По физико-химическим показателям диазоли должны соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 2.

		Таблица 2			
	Норма				
Наименование показателя	Диазоль алый К	Диазоль розовый О			
1. Внешний вид	Однородный кристаллический влажный продукт от желтого до красновато-желтого цвета	влажный продукт			
2 Массовая доля диазоля в пересче- те на амин, %	23+2	25±2			
3. Оттенок окраски, полученной на хлопчатобумажной ткани при сочетании с азотолом А		ртному образцу			
4. Растворимость в воде в пересчете на амин, г/л, не менее	40	40			
 Массовая доля свободной серной кислоты, %, не более 	3	10			

Продолжение табл. 2

Норма			
Диазоль алый К	Диазоль розовый О		
0,2 30 Не нормируется	0,3 Не нормируется 15—20		
	Диазоль алый К 0,2 30		

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

- 3.1. Правила приемки по ГОСТ 6732—76.
- 3.2. Устойчивость окраски на хлопчатобумажной ткани к физико-химическим воздействиям изготовитель определяет при утверждении стандартного образца.

4. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

4.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 6732—76.

Масса средней лабораторной пробы должна быть не менее 250 г. Пробу помещают в герметически закрываемую банку из темного стекла.

- 4.2. Внешний вид диазоля определяют визуально.
- 4.3. Определение массовой доли диазоля в пересчете на амин

4.3.1. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118-67, х. ч.

Кислота уксусная по ГОСТ 61-75, х. ч., 10%-ный раствор.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63, х. ч., 2%-ный раствор.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—68, ч. д. а., 20%-ный ра-

створ.

- 4'-Сульфофенил-3-метил-5-пиразолон, ч., 0,1 н. раствор; готовят по п. 4.3.2.1.
- Соль мононатриевая Аш-кислоты, ч., 1%-ный раствор в 2%-ном растворе углекислого натрия.

Натрий азотистокислый, 0,1 н. раствор; готовят по ГОСТ 16923—71.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Бумага йодкрахмальная; готовят по ГОСТ 4517-75.

4.3.2. Подготовка к испытанию

4.3.2.1. Приготовление 0,1 н. раствора 4'-сульфофенил-3-метил-5-пиразолона и определение его поправочного коэффициента.

26 г 4'-сульфофенил-3-метил-5-пиразолона взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1 л и растворяют в воде с добавлением 50 мл раствора углекислого натрия. Объем раствора в колбе доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Для определения поправочного коэффициента 25 мл приготовленного раствора 4'-сульфофенил-3-метил-5-пиразолона переносят пипеткой в стакан вместимостью 250 мл, прибавляют 100 мл воды, 5 мл соляной кислоты и титруют раствором азотистокислого натрия. Конец титрования определяют по появлению сине-фиолетового пятна в пробе на йодкрахмальной бумаге, сохраняющегося при повторном нанесении пробы через 3 мин.

Поправочный коэффициент (К) 0,1 н. раствора 4'-сульфофе-

нил-3-метил-5-пиразолона вычисляют по формуле

$$K=\frac{V}{25}$$

где V — объем точно 0,1 н. раствора азотистокислого натрия, израсходованный на титрование, мл.

Поправочный коэффициент проверяют один раз в неделю.

4.3.3. Проведение испытания

Около 9 г испытуемого диазоля взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в стакан вместимостью 250 мл, прибавляют 150 мл воды, 1,5 мл соляной кислоты и перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения. Затем раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 мл, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают. Применяют свежеприготовленный раствор.

В фарфоровый стакан вместимостью 600 мл вносят пипеткой 20 мл приготовленного по п. 4.3.2.1 0,1 н. раствора 4'-сульфофенил-3-метил-5-пиразолона, прибавляют 10 мл раствора уксусной кислоты, 80 мл раствора уксуснокислого натрия и 100 г кусочков льда. Стакан помещают в баню со льдом, содержимое его охлаждают до 2—3°С, а затем титруют свежеприготовленным раствором диазоля. Конец титрования определяют по появлению фиолетовой окраски в вытеке на фильтровальной бумаге с раствором Аш-кислоты (реакция на избыток диазосоединения).

Пробу повторяют через 30 с и, если избыток диазосоединения

сохранился, титрование считают законченным.

4.3.4. Обработка результатов

Массовую долю диазоля в пересчете на амин (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{0.016815 \cdot V_1 \cdot 250 \cdot 100}{V \cdot m},$$

где 0,016815 — масса амина, соответствующая 1 мл точно 0,1 н. раствора 4'-сульфофенил-3-метил-5-пиразолона, г:

 V_1 — объем точно 0,1 н. раствора 4'-сульфофенил-3-метил-5-пиразолона, взятый для титрования, мл;

 V — объем раствора диазоля, израсходованный на титрование, мл;

т — масса навески испытуемого диазоля, г.

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

4.4. Оттенок окраски определяют визуально, сравнивая выкраски на хлопчатобумажной ткани, полученные при сочетании испытуемого диазоля и стандартного образца со стандартным образцом азотола A.

Сравнительное окрашивание проводят по ГОСТ 7925—75 (разд. 3). Для приготовления раствора азотола A берут 2,5 мл этилового спирта.

Оценку окрашенных образцов проводят по ГОСТ 7925-75

(разд. 6).

4.5. Определение растворимости в воде в пересчете на амин

4.5.1. Реактивы, растворы и посуда

4'-Сульфофенил-3-метил-5-пиразолон, ч., 0,1 н. раствор; готовят по п. 4.3.2.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Фильтр беззольный «белая лента».

Воронка Бюхнера № 3 по ГОСТ 9147—73.

4.5.2. Проведение испытания

4,5 г (в пересчете на 100%-ный амин) испытуемого диазоля взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, прибавляют 100 мл воды и энергично перемешивают в течение 5 мин.

Полученный раствор фильтруют на воронке Бюхнера под вакуумом через сухой беззольный фильтр в сухую колбу. Фильтрат сразу же помещают в бюретку и титруют им 100 мл 0,1 н.раствора 4'-сульфофенил-3-метил-5-пиразолона, как указано в п. 4.3.3.

4.5.3. Обработка результатов

Растворимость в воде в пересчете на амин (X_1) в r/π вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{0.016815 \cdot V_1 \cdot 1000}{V},$$

где 0,016815 — масса амина, соответствующая 1 мл точно 0,1 н. раствора 4'-сульфофенил-3-метил-5-пиразолона, г;

V₁ — объем точно 0,1 н. раствора 4'-сульфофенил-3-метил-5-пиразолона, взятый для титрования, мл;

V — объем раствора диазоля, израсходованный на титрование 100 мл 0,1 н. раствора 4'-сульфофенил-3-метил-5-пиразолона, мл.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 г/л.

4.6. Определение массовой доли свободной серной кислоты

4.6.1. Реактивы, растворы и приборы

Натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—77, х. ч., 0.1 н. раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Потенциометр лабораторный любого типа со стеклянным и каломельным или хлорсеребряным электродами.

4.6.2. Проведение испытания

Около I г испытуемого диазоля взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в коническую колбу вместимостью 500 мл и растворяют в 200 мл воды. Полученный раствор титруют потенциометрически раствором едкого натра.

Расход раствора едкого натра, соответствующий точке эквивалентности, определяют расчетным путем — методом второй производной.

4.6.3. Обработка результатов

Массовую долю свободной серной кислоты (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{0.004904 \cdot V \cdot 100}{m}$$

где 0,004904 — масса серной кислоты соответствующая 1 мл точно 0,1 н, раствора едкого натра, г;

 V — объем точно 0,1 н. раствора едкого натра, израсходованный на титрование, мл;

т — масса навески испытуемого диазоля, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2%.

4.7. Определение массовой доли нерастворимых в воде примесей

4.7.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Фильтр беззольный «белая лента».

Воронка Бюхнера № 3 по ГОСТ 9147—73.

4.7.2. Проведение испытания

Около 20 г испытуемого диазоля взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан, прибавляют 1 л воды и пере-

мешивают в течение 5 мин. Затем фильтруют на воронке Бюхнера под вакуумом через беззольный фильтр, предварительно помещенный в бюксу и высушенный при 60—70°С до постоянной массы. Диаметр фильтра должен быть на 3—4 см больше диаметра воронки. Фильтр вкладывают в воронку в виде «корзиночки». Осадок на фильтре промывают водой, охлажденной до 10°С, до получения бесцветного фильтрата.

Фильтр с осадком помещают в ту же бюксу и сушат при 60—70°С до постоянной массы. Перед каждым взвешиванием бюксу с фильтром охлаждают в эксикаторе в течение одинакового интервала времени.

Взвешивание производят с погрешностью не более 0,0002 г.

4.7.3. Обработка результатов

Массовую долю нерастворимых в воде примесей (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m},$$

где m_2 — масса бюксы и фильтра с высушенным осадком, г;

 m_1 — масса бюксы и фильтра, г;

т — масса навески испытуемого диазоля, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05%.

4.8. Определение общей массовой доли суль-

фат-ионов

4.8.1. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118-67, х. ч.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, х. ч., 10%-ный раствор.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, ч. д. а., 0,1 н. раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Бумага индикаторная конго.

Фильтр беззольный «синяя лента».

4.8.2. Проведение испытания

Около 0,2 г испытуемого диазоля взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в стакан вместимостью 600 мл и растворяют в 100—150 мл воды. Раствор нагревают до кипения и прибавляют соляную кислоту до кислой реакции по бумаге конго. Затем прибавляют 10 мл нагретого до кипения раствора хлористого бария, стакан накрывают часовым стеклом и оставляют на ночь.

Осадок сульфата бария отфильтровывают на конической воронке через беззольный фильтр, при этом осадок из стакана количественно переносят на фильтр горячей водой, при помощи стеклян-

ной палочки с резиновым наконечником.

Осадок на фильтре промывают горячей водой (80—90°С) до отрицательной реакции промывных вод на ион хлора (проба с

раствором азотнокислого серебра). Затем фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, предварительно прокаленный до постоянной массы, и сжигают фильтр сначала в пламени горелки, а затем содержимое тигля прокаливают в муфельной печи при 800—850°С до постоянной массы.

Перед каждым взвешиванием тигель с золой охлаждают в эксикаторе в течение одинакового интервала времени.

Взвешивание производят с погрешностью не более 0,0002 г

4.8.3. Обработка результатов

Общую массовую долю сульфат-ионов (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{0,4115 \cdot (m_2 - m_1) \cdot 100}{m},$$

где 0,4115 — коэффициент пересчета BaSO₄ на SO₄-:

 m_2 — масса тигля с прокаленным осадком, г:

 m_1 — масса пустого тигля, г;

т — масса навески испытуемого диазоля, г.

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

4.9. Массовую долю воды определяют по ГОСТ 14870—77 (разд. 4). Для испытания берут 10 г диазоля, взвешенного с пог-

решностью не более 0,01 г.

4.10. Устойчивость окраски на хлопчатобумажной ткани к физико-химическим воздействиям при сочетании с азотолом А определяют по ГОСТ 9733—61.

Сравнительное окрашивание проводят по ГОСТ 7925—75 (разд. 3) со стандартным образцом азотола А. Для приготовления раствора азотола А берут 10 мл этилового спирта.

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Упаковка — по ГОСТ 6732—76.

Диазоли упаковывают в фанерные барабаны типа I, вместимостью 93 л (ГОСТ 9338—74) или в деревянные бочки вместимостью 100 л (ГОСТ 8777—74).

При упаковывании диазолей в фанерные барабаны в качестве вкладыша применяют бумажные мешки марки ПМ (ГОСТ 2226—75). По соглашению с потребителями допускается в качестве вкладыша применять пленочные мешки. Мешки-вкладыши завязывают.

5.2. Маркировка — по ГОСТ 6732—76 с нанесением предупредительного знака «Боится нагрева» и знаков опасности (класс 4, подкласс 4.1) в соответствии с ГОСТ 19433—74.

- 5.3. Диазоли транспортируют любым видом транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.
- 5.4. Диазоли хранят в упаковке изготовителя в закрытых. складских помещениях при температуре не выше 30°C.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель должен гарантировать соответствие диазолей требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий

хранения, установленных стандартом.

6.2. Гарантийный срок хранения диазолей — один год со дня изготовления. По истечении указанного срока перед использованием диазоли должны быть проверены на соответствие их требованиям настоящего стандарта.

7. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

7.1. Диазоли — горючие вещества. Температура воспламенения диазоля алого К 100°C, диазоля розового О 125°C. Самовоспламенение не наблюдается до 400°C.

Осевшая пыль (аэрогель) пожароопасна. Пылевоздушные смеси (аэрозоль) взрывобезопасны. Нижний предел взрываемости до 520 г/м3 отсутствует. Температура самовоспламенения пылевоздушных смесей: диазоля алого К 850°С, диазоля розового О 830°С.

Сухие продукты без наполнителей — взрывчаты. Средство пожаротушения: распыленная вода.

7.2. Диазоли относятся к классу веществ, обладающих умеренно опасными свойствами. Пыль диазолей может вызывать раздра-

жение слизистых оболочек и кожных покровов.

7.3. При отборе проб, испытании и применении диазолей необходимо принимать меры, предупреждающие их пыление. Следует применять индивидуальные средства защиты (респиратор, защитные очки, резиновые перчатки, спецодежду) от попадания диазолей на кожные покровы, слизистые оболочки и проникновения их пыли в органы дыхания и пищеварения, а также соблюдать правила личной гигиены.

При попадании диазолей на кожные покровы и слизистые оболочки их смывают проточной водой.

Для обеспечения безопасности помещение, где проводятся работы с диазолями, должно быть оборудовано общеобменной вентиляцией, над местами выделения пыли должны быть оборудованы укрытия с вытяжной вентиляцией и предусмотрена механизация технологического процесса.

Не допускать хранение диазолей вблизи горючих предметов.

Изменение № 1 ГОСТ 11827—77 Диазоль алый K и диазоль розовый О. Технические условия

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.02.83 № 1046 срок введения установлен c 01.07.83

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 24 6142.

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения: мл на см³. Вводная часть. Второй абзац. Заменить слово: «штапельно-вискозных»

на «вискозных».

Пункт 2.2. Таблица 2. Головку дополнить кодами ОКП: для красителя «Диазоль алый К» — ОКП 24 6142 3020 02; для красителя «Диазоль розовый О» — ОКП 24 6142 3030 01; графа «Норма». Заменить слово: «Близок» на «Соответствует».

Пункт 4.3.1. Заменить ссылки: ГОСТ 3118—67 на ГОСТ 3118—77, ГОСТ 83—63 на ГОСТ 83—79, ГОСТ 199—68 на ГОСТ 199—78.

Пункт 4.3.2.1. Второй абзац. Заменить слово: «углекислого» на «уксуснокислого».

(Продолжение см. стр. 188)

(Продолжение изменения к ГОСТ 11827—77)

Пункт 4.5.1, 4.7.1. Заменить ссылку: ГОСТ 9147—73 на ГОСТ 9147—80. Пункт 4.5.2. Второй абзац. Заменить значение: 4,5 г на 5 г.

Пункт 4.8.1. Заменить ссылку: ГОСТ 3118-67 на ГОСТ 3118-77. Пункт 5.1. Заменить ссылки: ГОСТ 9338-74 на ГОСТ 9338-80, ГОСТ 8777-74 на ГОСТ 8777-80;

третий абзац. Исключить слова: «Мешки-вкладыши завязывают». Пункты 5.2, 5.3, 6.2 изложить в новой редакции: «5.2. Маркиро жа — по ГОСТ 6732—76 с нанесением манипуляционного знака «Боится нагрева» и знаков опасности (класс 4, подкласс 4.1, категория 410, группа 4102) в соответствии с ГОСТ 19433-81.

5.3. Транспортирование и пакетирование — по ГОСТ 6732—76.

6.2. Гарантийный срок хранения диазолей — один год со дня изготовления».

Пункт 7.1 дополнить абзацем: «При работе с диазолями необходимо руководствоваться инструкцией по применению диазолей, ной НИОПиКом и согласованной ЦНИХБИ».

Пункт 7.3. Третий абзац. Исключить слова: «и предусмотрена механизация технологического процесса».

(ИУС № 6 1983 г.)

Группа Л23

Изменение № 2 ГОСТ 11827—77 Диазоль алый К и диазоль розовый О Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.06.87 № 2707

Дата введения 01.12.87

Вводная часть. Второй абзац изложить в новой редакции: «Диазоли предвазначены для крашения и печатания хлопчатобумажных и вискозных тканей при сочетании с азотолами».

(Продолжение изменения к ГОСТ 11827-77)

Пункт 1.2. Таблица 1. Исключить графу: «мокрого вытирания»;

заменить слова: «раствора мыла и соды при 40 °C» на «стирки № 1 в растворе мыла и соды при (40±2) °C», «раствора мыла и соды при 100 °C» на «стирки № 4 в растворе мыла и соды при (95±2) °C», «химической чистки» на «органических растворителей, применяемых при химической чистке».

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.3: <1.3. Массовая доля нерастворимых в воде примесей для диазоля алого K — не более 0,2 %, для диазоля розового O — не более 0,25 %».

Пункт 2.2. Таблица 2. Показатель 6 исключить.

Пункт 4.3.1 изложить в новой редакции:

<4.3.1. Аппаратира, материалы, реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77.

Кислота уксусная по ГОСТ 61-75, х.ч., с массовой долей уксусной кислоты в растворе 10%.

Натрий углекислый по ГОСТ 83-79, х.ч., с массовой долей углекислого нат-

рия в растворе 2 %.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199-78, ч.д.а., с массовой долей уксуснокислого натрия в растворе 20 %.

1-(п-сульфофенил)-3-метилпиразолон-5, ч., раствор концентрации

 $c(C_{10}H_{10}N_2O_4)=0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по п. 4.3.2.1.

Аш-кислота мононатриевая соль, ч., с массовой долей мононатриевой соли Аш-кислоты в растворе 1 %, в углекислом натрии с массовой долей углекислого натрия в растворе 2 %.

Натрий азотистокислый, раствор концентрации $c(\text{NaNO}_2) = 0.1$ моль/дм³

(0,1 н.); готовят по ГОСТ 16923—83.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Бумага йодкрахмальная; готовят по ГОСТ 4517-75.

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104-80 с наибольшими пределами взвешивания 500 и 200 г.

Колба 1—1000—1 по ГОСТ 1770—74.

Колба 1—250—1 по ГОСТ 1770—74.

Стакан В-1-250 ТХС по ГОСТ 25336-82.

Стакан 6 по ГОСТ 9147-80.

Пипетка 2—1—25 по ГОСТ 20292—74».

Пункт 4.3.2.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Приготовление раствора концентрации $c(1 - (n-сульфофенил) \cdot 3-метилпиразолона \cdot 5) = 0.1 моль/дм³$ (0,1 н.) и определение его коэффициента поправки»; второй абзац до слова «помещают» изложить в новой редакции: «26 г 1-(n-сульфофенил)-3-метилпиразодона-5 взвещивают с точностью до второго десятичного знака»;

третий абзац. Заменить слова: «поправочного коэффициента» на «коэффициэнта поправки», «4'-сульфофенил-3-метил-5-пиразолона» на «1-(n-сульфофенил)-

3-метилпиразолона-5»:

четвертый абзац изложить в новой редакции: «Коэффициент поправки (K) раствора концентрации c (1-(n-сульфофенил)-3-метилпиразолона-5) = 0.1 моль/дм³ (0,1 н.) вычисляют по формуле

$$K = \frac{V}{25}$$
 ,

азотистокислого натрия концентрации гле V -- объем раствора ТОЧНО 0.1 моль/дм^3 (0.1 H.), см³».

Пункт 4.3.3. Заменить слова: «Около 9 г испытуемого диазоля взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г» на «Взвешивают 9,0000 г испытуемого дла-30ЛЯ»;

второй абзац. Заменить слова: «точно 0,1 н. раствора 4'-сульфофенил-3-метил-5-пиразолона» на «раствора 1-(n-сульфофенил)-3-метилпиразолона-5 ков-центрации точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.)».

Пункт 4.3.4. Экспликация к формуле. Первый, второй абзацы изложить в вовой редакции: «0,016815 — масса амина, соответствующая 1 см³ раствора 1-(п-сульфофенил)-3-метилпиразолона-5, концентрации точно [0,1 н.) г; V — объем 1-(п-сульфофенил)-3-метилпиразолона-5 концентрации точво 0,1 моль/дм3, взятый для титрования, см3».

Пункт 4.5.1 изложить в новой редакции:

<4.5.1. Аппаратура, материалы, реактивы и растворы

1-(п-сульфофенил)-3-метилпиразолон-5, ч., концентрации раствор $c(C_{10}H_{10}N_2O_4)=0.1$ моль/дм³ (0.1 н.); готовят по п. 4.3.2.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Фильтр обеззоленный «белая лента».

Воронка Бюхнера № 3 по ГОСТ 9147-80.

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104-80 с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Колба Кн-1-250-19/26 ТХС по ГОСТ 25336-82.

Бюретка 1—2—100—0,2 по ГОСТ 20292—74. Колба 1—250 по ГОСТ 25336—82».

Пункт 4.5.2. Заменить слова: «5 г (в пересчете на 100 %-ный амин) испытуемого диазоля взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «5,00 г (в пере-

счете на 100 %-ный амин) испытуемого диазоля вэвешивают»;

второй абзац изложить в новой редакции: «Полученный раствор фильтрую? на воронке Бюхнера диаметром 8—10 см через сухой обеззоленный «белая лента» в сухую колбу с тубусом. Фильтрат сразу же помещают в бюретку и титруют им 50 см³ раствора 1-(n-сульфофенил)-3-метилпиразолона-5 концентрации точно 0,1 моль/дм3, как указано в п. 4.3.3».

Пункт 4.5.3. Экспликацию к формуле изложить в новой редакции: 0.016815 — масса амина, соответствующая 1 см³ раствора 1-(п-сульфофенил)

3-метилпиразолона-5 концентрации точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.);

 V_1 — объем раствора 1-(п-сульфофенил)-3-метилпиразолона-5 концент-

рации точно 0,1 моль/дм3 (0,1 н.), взятый для титрования, см3;

V — объем раствора диазоля, израсходованный на титрование 50 см 3 раствора 1-(n-сульфофенил-3-метилпиразолона-5 — концентрации точью 0,1 моль/дм² $(0.1 \text{ H.}), \text{ cm}^3$ ».

Пункт 4.6.1 изложить в новой редакции:

«4.6.1. Аппаратура, материалы, реактивы и равтворы

Натрия гидроокись, х.ч., раствор концентрации с (NaOH) = 0.1 моль/дм [0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Потенциометр лабораторный любого типа.

Электроды стеклянный, каломельный и клорсеребряный.

Весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Колба Кн-1—500—24/29 ТХС по ГОСТ 25336—82».

Пункт 4.6.2. Заменить слова: «Около 1 г испытуемого диаволя взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г» на «1,0000 г испытуемого диазоля взвешивают».

Пункт 4.6.3. Заменить слова: «точно 0,1 н. раствора едкого натра» на «раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм3» (2 раза).

Пункт 4.7.1 изложить в новой редакции:

<4.7.1. Аппаратура, материалы, реактивы и растворы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Фильтр обеззоленный «белая лента».

Воронка Бюхнера № 3 по ГОСТ 9147-80.

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104-80 с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Стакан Н-1-2000 ТХС по ГОСТ 25336-82.

Стаканчик СВ-24/10 по ГОСТ 25336-82.

Пункт 4.7.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «20,00 г испытуемого диазоля взвешивают, помещают в стакан, прибавляют 1 дм3 воды и перемешивают в течение 5 мин. Затем фильтруют на воронке Бюхнера под вакуумом через обеззоленный фильтр, предварительно помещенный в стаканчик для взвешивания и высушенный при 60-70°C до постоянной массы. Диаметр фильтра должен быть на 3-4 см больше диаметра воронки.

Фильтр вкладывают в воронку в виде «корзиночки», осадок на фильтрепромывают водой, охлажденной до 10°C, до получения бесцветного фильтра»:

второй абзац. Заменить слова: «ту же бюксу» на «тот же стаканчик для взвешивания»:

последний абзац изложить в новой редакции: «Взвешивание проводят с точностью до четвертого десятичного знака».

Пункт 4.8.1 изложить в новой редакции:

«4.8.1. Аппаратура, материалы, реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, х.ч.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, х.ч., с массовой долей хлористого бария в растворе 10 %.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277-75, ч.д.а., раствор концентрации

 $c(AgNO_3) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Бумага индикаторная «Конго».

Фильтр обеззоленный «синяя лента».

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Стакан В-1-600 ТХС по ГОСТ 25336-82.

Колба Кн-1-500-29/32 ТС по ГОСТ 25336-82».

Пункт 4.8.2. Первый абзац. Заменить слова: «Около 0,2 г испытуемого диазоля взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г» на «0,2000 г испытуемого дназоля взвешивают»;

(Продолжение см. с. 262)

пятый абзац изложить в новой редакции: «Взвешивание проводят с точно-

стью до четвертого десятичного знака».

Пункт 4.9 изложить в новой редакции: «4.9. Массовую долю воды определяют по ГОСТ 14870—77 (разд. 4). Для испытания взвешивают 10,00 г дназоля».

Пункт 4.10. Заменить ссылки: ГОСТ 9733—61 на ГОСТ 9733.0—83, ГОСТ 9733.1—83, ГОСТ 9733.5—83, ГОСТ 9733.4—83, ГОСТ 9733.6—83, ГОСТ 9733.13—83, ГОСТ 9733.27—83.

Пункт 5.1. Заменить единицу: л на дм3.

Пункты 6.1, 7.2 изложить в новой редакции: «6.1. Изготовитель гарантирует соответствие диазолей требованиям настоящего стандарта при соблютении условий хранения.

7.2. Диазоли — вещества умеренно опасные (3-й класс опасности по ГОСТ

12.1.007-76) >.

Пункт 7.3. Первый абзац. Заменить слова: «(респиратор, защитные очки, резиновые перчатки, спецодежду)» на «(ГОСТ 12.4.011—75 и ГОСТ 12.4.103—83)».

(ИУС № 11 1987 г.)

Сдано в наб. 24.08.77 Подп. в печ. 25.10.77 0,75 п. л. 0,63 уч.-изд. л. Тир. 10000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. Москва, Д-557, Новопресменский пер., 3.
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1123.