
**Красители. Определение
растворимости в органических
растворителях. Гравиметрический и
фотометрический методы**

*Dyestuffs — Determination of solubility in organic solvents —
Gravimetric and photometric methods*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7579:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/13c6cc51-51df-48e8-918b-ddfdc12f1bf4/iso-7579-2009>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 7579:2009(R)

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или вывести на экран, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на загрузку интегрированных шрифтов в компьютер, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7579:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/13c6cc51-51df-48e8-918b-ddfdc12f1bf4/iso-7579-2009>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2009

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO по соответствующему адресу, указанному ниже, или комитета-члена ISO в стране заявителя.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
Введение	v
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	1
4 Принцип	2
5 Растворитель	2
6 Аппаратура	2
7 Отбор образцов	3
8 Методика	3
9 Протокол испытания	8
Приложение А (нормативное) Расчеты растворимости	9

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7579:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/13c6cc51-51df-48e8-918b-ddfdc12f1bf4/iso-7579-2009>

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член ISO, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO непосредственно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам электротехнической стандартизации.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 7579 разработан Техническим комитетом ISO/TC 35, *Краски и лаки*, Подкомитетом SC 2, *Пигменты и наполнители*.

Настоящее второе издание отменяет и заменяет первое издание (ISO 7579:1990), в настоящем издании время смешивания было уменьшено с 24 ч до 3 ч, температура повышена с 105 °C до 150 °C, метод В и Приложение В аннулированы и добавлен фотометрический метод испытания.

ISO 7579:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/13e6cc51-51df-48e8-918b-ddfdc12f1bf4/iso-7579-2009>

Введение

Многие красители, взятые в избытке, растворяются в растворителе, создавая концентрации, не зависящие от количества присутствующего в растворителе красителя. Эта концентрация определяется как концентрация насыщения и представляет собой растворимость красителя в растворителе. Однако в некоторых случаях не существует постоянной концентрации насыщения, и количество растворимого красителя возрастает по мере его добавления. В данном международном стандарте описаны гравиметрическая и фотометрическая методики оценки растворимости таких красителей.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7579:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/13c6cc51-51df-48e8-918b-ddfdc12f1bf4/iso-7579-2009>

Красители. Определение растворимости в органических растворителях. Гравиметрический и фотометрический методы

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает два метода определения растворимости красителей в органических растворителях. Эти методы применимы к красителям, которые химически не взаимодействуют с растворителем, являются стабильными и нелетучими в заданных условиях сушки. В случае летучих растворителей (температура кипения $< 120\text{ }^{\circ}\text{C}$) рекомендуется гравиметрическая методика, а в случае менее летучих растворителей (температура кипения $> 120\text{ }^{\circ}\text{C}$) – фотометрическая методика. Выбор методики зависит от конкретного случая.

Данные методы пригодны для концентраций от 1 г до 1 000 г красителя на литр растворителя. Могут использоваться и более высокие концентрации при условии, что вязкость раствора такова, что методика может быть легко выполнена.

Методы непригодны для определения содержания нерастворимого вещества в красителе.

2 Нормативные ссылки

[ISO 7579:2009](#)

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 787-2, *Пигменты и наполнители. Общие методы испытаний. Часть 2. Определение содержания летучих веществ при 105 °C*

ISO 2811-1, *Краски и лаки. Определение плотности. Часть 1. Пикнометрический метод*

ISO 15528, *Краски, лаки и сырье для них. Отбор образцов*

3 Термины и определения

Применительно к настоящему документу используются следующие термины и определения.

3.1

растворимость **solubility**

максимальная масса красителя, которая растворима в данном объеме конкретного растворителя в заданных условиях

ПРИМЕЧАНИЕ Растворимость выражается в граммах на литр растворителя (см. Приложение А). Не делается различий между “истинной” и “коллоидной” растворимостью.

4 Принцип

Различные количества красителя диспергируются в определенном объеме растворителя при 23 °С. После перемешивания в течение 3 ч каждая дисперсия центрифугируется и содержание сухого вещества в надосадочной жидкости определяется путем гравиметрических или фотометрических измерений.

При использовании гравиметрической методики количество растворимого красителя оценивается путем определения содержания нелетучего вещества в растворе.

При использовании фотометрической методики количество растворимого красителя оценивается путем определения оптической плотности относительно стандартного раствора.

5 Растворитель

При использовании гравиметрической методики используемый органический растворитель должен быть полностью летучим при температуре ниже температуры разложения красителя. Должна быть известна плотность растворителя при 23 °С. Плотность растворителя может быть определена методом, описанным в ISO 2811-1 при температуре 23 °С с помощью стеклянного пикнометра. Краситель не должен химически взаимодействовать с растворителем.

Поскольку органические растворители, как правило, не являются химически чистыми, степень их чистоты (включая тип и количество всех основных примесей) должна быть приведена в протоколе испытания.

Для растворителей с температурой кипения выше 120 °С рекомендуется фотометрический метод.

6 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и стеклянная посуда, а также:

6.1 Весы, с точностью до 0,000 1 г.

6.2 Бюксы, низкие и широкие, с крышками.

6.3 Емкости, цилиндрические, вместимостью примерно 50 мл, из инертного материала, с плотно закрывающимися крышками.

6.4 Пипетка, вместимостью 20 мл (допуск: $\pm 0,03$ мл).

6.5 Мерная колба, вместимостью 100 мл (допуск: $\pm 0,5$ мл).

6.6 Шприцы, вместимостью 2 мл и 5 мл.

6.7 Механический встряхиватель, с регулятором скорости и, предпочтительно, с охлаждающим блоком.

6.8 Лабораторная центрифуга, способная обеспечить относительное центростремительное ускорение около 10 км/с^2 . Пригодна центрифуга с частотой вращения от $2\,000 \text{ мин}^{-1}$ до $3\,000 \text{ мин}^{-1}$.

6.9 Центрифужные пробирки, из прозрачного и инертного материала, с плотно закрывающимися крышками.

6.10 Сушильный шкаф, с циркуляцией воздуха и регулятором температуры до 150 °С (допуск ± 2 °С).

6.11 Спектрофотометр.**6.12 Ультразвуковая баня.****7 Отбор образцов**

Отбирают представительный образец испытуемого продукта, как описано в ISO 15528.

8 Методика**8.1 Предварительное определение**

Если приблизительная растворимость красителя в растворителе неизвестна, выполняют предварительное определение, используя методику, описанную в 8.2.2 и 8.2.3, с одной из следующих серий проб для анализа:

- краситель с низкой растворимостью: 1 г, 10 г и 50 г красителя на литр растворителя;
- краситель с высокой растворимостью: 100 г, 500 г и 1 000 г красителя на литр растворителя.

В качестве приблизительной растворимости красителя берут концентрацию дисперсии, в которой нерастворившееся вещество после центрифугирования составляет примерно более одной четверти от общего количества диспергированного красителя.

8.2 Приготовление испытуемых растворов

8.2.1 Если приблизительная растворимость красителя известна или была определена в ходе предварительного определения, выполняют следующую методику.

Готовят шесть суспензий, взяв пробы для анализа красителя, которые давали бы концентрации примерно 40 %, 60 %, 80 %, 100 %, 120 % и 140 % (по массе) приблизительной растворимости, используя методику, описанную в 8.2.2 и 8.2.3. Если при наименьшей из используемых концентраций 10 % или более красителя остается нерастворенным, понижают концентрацию до тех пор, пока более 90 % красителя не растворится. Если при наибольшей концентрации остаток составляет менее 25 % пробы для анализа, то увеличивают массу пробы для анализа.

Если предел растворимости не может быть достигнут в силу значительного возрастания вязкости при увеличении количества пробы для анализа, необходимо записать в протоколе последнее полученное значение (см. Раздел А.4.)

8.2.2 Помещают требуемое количество красителя в емкость (6.3) и добавляют точно 20 мл растворителя с помощью пипетки (6.4). Сразу же закрывают емкость для предотвращения потери растворителя.

Встряхивают емкость, используя механический встряхиватель (6.7) при температуре $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 3 ч. Проверяют на отсутствие значимых видимых агломератов. Если используется орбитальный встряхиватель, это необходимо указать в протоколе испытания.

8.2.3 После встряхивания красителя и растворителя в течение 3 ч помещают порции суспензии в центрифужные пробирки (6.9) и закрывают каждую пробирку крышкой. Центрифугируют пробирки при температуре $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 10 мин. Проверяют, является ли надосадочная жидкость прозрачной, например, наблюдая за тем, равномерно ли стекает надосадочная жидкость из пипетки после погружения ее в эту жидкость; если этого не происходит или если появляются какие-либо сомнения, центрифугируют еще в течение 10 мин. Декантируют надосадочная жидкость из каждой пробирки в чистую сухую емкость (6.3) и тщательно закрывают.

8.3 Гравиметрическое определение концентрации растворенного красителя

8.3.1 Общие положения

Отбирают известные количества надосадочной жидкости, полученной в 8.2.3, и определяют концентрацию красителя, используя метод, описанный в 8.3.2. Выполняют взвешивания с точностью до 0,2 мг.

Для каждого определения взятый объем надосадочной жидкости должен содержать по меньшей мере 30 мг красителя.

Должно быть выполнено по два определения на каждую надосадочную жидкость. Средние значения должны быть зарегистрированы в протоколе испытания и использованы в расчете, как указано в 8.3.4.

8.3.2 Методика

Помещают порцию (около 3 г) прозрачной надосадочной жидкости в предварительно тарированный бюкс (6.2), закрывают крышкой и взвешивают (m_0). Снимают крышку, помещают бюкс в сушильный шкаф (6.10), отрегулированный на температуру примерно на 10 °C ниже температуры кипения растворителя и оставляют в шкафу до тех пор, пока большая часть растворителя не испарится (обычно около 1 ч).

Повышают температуру сушки до температуры примерно на 30 °C ниже температуры разложения красителя и продолжают сушку еще в течение 3 ч.

ПРИМЕЧАНИЕ Большинство красителей, содержащих комплексы металлов, могут быть высушены при температуре 150 °C.

Если температура сушки по меньшей мере не на 50 °C выше температуры кипения растворителя, то либо увеличивают время сушки, либо удаляют последние следы растворителя в вакуумном сушильном шкафу. В таких случаях не должно происходить потерь красителя за счет сублимации.

После окончания сушки переносят бюкс вместе с крышкой в эксикатор и после охлаждения повторно взвешивают бюкс, закрытый крышкой.

Если эта методика используется впервые на конкретной комбинации краситель/растворитель, проверяют, что краситель был действительно высушен до постоянной массы, повторяя операции сушка/взвешивание во второй раз. Если расхождение между результатами первого и второго взвешиваний составляет 0,2 мг или менее, то можно допустить, что образец был высушен до постоянной массы. Для последующих образцов такого же типа могут использоваться данные верифицированные условия сушки без проведения дополнительных проверок.

8.3.3 Определение содержания нелетучего вещества в красителе

Используют методику, описанную в ISO 787-2, выполняя сушку при температуре, при которой было продемонстрировано достижение образцом постоянной массы (см. 8.3.2), и выражают содержание нелетучего вещества в виде отношения массы остатка, в граммах, к массе пробы для анализа, в граммах, т.е. в виде десятичного значения менее 1.

8.3.4 Выражение результатов

Расчет растворимости красителя зависит от его поведения в конкретном растворителе. Если концентрация насыщения получена, то растворимость определяется непосредственно из этой концентрации (см. А.1). Если растворимость зависит от доли добавленного красителя, то нельзя получить постоянную концентрацию насыщения, и в этом случае растворимость рассчитывается согласно А.2 или записывается вместе с долей добавленного красителя (см. А.3).