ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

# ВОЛОКНА И НИТИ ХИМИЧЕСКИЕ

## МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ЗАМАСЛИВАТЕЛЯ

## ГОСТ 29332—92

Издание официальное

12 р. 30 к. БЗ 5—92/523

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 677.4.072.6.001.4:006.354 Группа М99

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

# ВОЛОКНА И НИТИ ХИМИЧЕСКИЕ

## Методы определения массовой доли замасливателя

Chemical fibres and yarn. Methods for determination of finishing agent mass percentage

ГОСТ 29332—92

ОКСТУ 2209

Дата введения 01.07.93

Настоящий стандарт распространяется на химические нити, волокна, жгут и жгутик и устанавливает методы определения массовой доли замасливателя.

Стандарт не распространяется на асбестовые волокна, стеклянные, углеродные, хлорированные поливинилхлоридные и ацетохлориновые нити и волокна.

Сущность методов заключается в отделении замасливателя от химических волокон или нитей путем обработки отобранной пробы растворителем с использованием аппарата для встряхивания или прибора Сокслета и удалении растворителя.

При возникновении разногласий массовую долю замасливателя определяют с помощью аппарата для встряхивания.

## 1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб нити и жгутика

От каждой отобранной по ГОСТ 6611.0 единицы продукции отматывают или срезают 10 наружных слоев нити или жгутика и отбрасывают. Затем с каждой единицы продукции отбирают примерно равное количество нити или жгутика и составляют лабораторную пробу массой около 25 г. От лабораторной пробы отбирают четыре элементарные пробы массой не менее 5 г каждая, для текстурированных нитей — не менее 3 г каждая.

1.2. Отбор проб волокна и жгута

Из объединенной пробы, отобранной по ГОСТ 10213.0, отбирают лабораторную пробу массой не менее 25 г. Затем из лабора-

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

торной пробы отбирают четыре элементарные пробы массой не менее 3 г каждая.

1.3. При невозможности взвешивания пробы на месте отбора ее сразу помещают во влагонепроницаемую тару.

## 2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения испытания на аппарате для встряхивания применяют:

шкаф сушильный с регулятором температуры;

шкаф вакуум — сушильный с регулятором температуры;

термометр лабораторный с пределами измерения от 0 до 150°С с ценой деления 1°С;

комплект аппаратуры для перегонки, состоящий из колбы типа К-1—250—29/32 ли П-1—250—29/32, или Кн-1—250—29/32 ТС по ГОСТ 25336; бани водяной; плитки электрической закрытого типа или колбонагревателя; насадки типа НГ—29/32-14/23—14/23ТС по ГОСТ 25336 или изгиба типа И<75 2К—29.32—14/23ТС по ГОСТ 25336; алонжа типа АИ—14/23—60ТС по ГОСТ 25336; холодильника типа ХПТ—1—300(400)-14/23 ХСТ по ГОСТ 25336; термометра лабораторного с конусом 14/23 с пределами измерения от 0 до 100°С с ценой деления 1°С или другой прибор для перегонки, обеспечивающий полную конденсацию растворителя;

эксикатор по ГОСТ 25336;

колбы с пробками типа Кн-1—500—29/32 или П-1—500—29/32, или П-1—250—29/32, или Кн-1—250—29/32 ТС по ГОСТ 25336;

аппарат для встряхивания;

весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другого типа с аналогичными метрологическими характеристиками.

стаканчики для взвешивания с крышками по ГОСТ 25336 или аналогичные;

цилиндр типа 1—250 по ГОСТ 1770;

воронку типа В-56—80ХС или В-75—110(140)ХС по ГОСТ 25336;

пинцет;

бумагу фильтровальную по нормативно-технической документации;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709;

растворители: углерод четыреххлористый технический по ГОСТ 4; спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300; ацетон по ГОСТ 2603 и другие — в зависимости от химического состава волокон и нитей и применяемого замасливателя (см. приложение 1).

2.2. Для проведения испытания на приборе Сокслета применяют аппаратуру, материалы и реактивы по п. 2.1, кроме аппарата для встряхивания, со следующим дополнением: прибор Сокслета, состоящий из колбы типа Кн-1—500—29/32ТС по ГОСТ 25336; насадки НЭТ 250ТС или НЭТ 150ТС 45/40—29/32 по ГОСТ 25336; холодильника типа ХШ-2—250—45/40ХС или ХСВ ХС по ГОСТ 25336.

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. С использованием аппарата для встряхивания.

3.1.1. Две пробы параллельно помещают в колбы, заливают растворителем (модуль ванны 1:20 для жгутика и нитей, кроме текстурированных; 1:40 — для волокна, жгута и текстурированных нитей), закрывают пробками и устанавливают в аппарат для встряхивания. Встряхивание проводят при комнатной температуре в течение 10 мин. Затем растворитель сливают (из колб с волокном и жгутом — через воронку с фильтровальной бумагой) в сухие колбы, предварительно доведенные до постоянной массы при температуре (108±2)°С. Масса колбы считается постоянной при разности между двумя последними взвешиваниями не более 5 мг.

Пробы вторично заливают растворителем (модуль ванны 1:15 для нитей, кроме текстурированных и жгутика; 1:25 — для волокна, жгута и текстурированных нитей) и встряхивают 5 мин, затем растворитель сливают (аналогично предыдущему) в те же колбы.

Пробы вынимают пинцетом из колб и помещают в воронки. Колбы ополаскивают 15 см³ чистого растворителя и выливают его на пробы в воронках. Пробы в воронках осторожно отжимают пинцетом в колбы.

3.1.2. Каждую колбу с экстрактом ставят на электрическую плитку, колбонагреватель или водяную баню, заполненную дистиллированной водой, и соединяют с перегонным аппаратом.

Отгонку и полное удаление растворителя ведут в вытяжном шкафу. Отгонку ведут до тех пор, пока в колбе останется 3–5 см³ раствора. Для полного удаления растворителя колбу помещают в сушильный шкаф и выдерживают при давлении от 53 до 80 кПа и температуре (75±5)°С в течение 1 ч или при нормальном давлении и температуре (108±2)°С в течение 1,5 ч. Затем колбу охлаждают в эксикаторе и взвешивают. По разности результатов взвешивания колбы с замасливателем и пустой колбы определяют массу замасливателя ($m_з$).

3.1.3. Отжатую пробу после удаления замасливателя помещают в стаканчик, доведенный до постоянной массы по п. 3.1.1, и су-

шат в сушильном шкафу при температуре (108±2)°С до постоянной массы, стаканчик с поливинилхлоридным волокном сушат при температуре (68±2)°С. Через 2 ч после начала высушивания (для поливинилхлоридного волокна через 4 ч) стаканчик закрывают крышкой, вынимают из шкафа и помещают для охлаждения в эксикатор не менее, чем на 10 мин. Затем крышку стаканчика быстро поднимают и опускают, чтобы давление воздуха внутри стаканчика стало одинаковым с давлением окружающего воздуха, и взвешивают стаканчик с пробой. Каждое последующее взвешивание после сушки проводят не ранее, чем через 20 мин. Высушивание считается законченным, если разность между двумя последними взвешиваниями каждой пробы не превышает 2 мг для нитей и жгутика, 5 мг — для волокна и жгута.

Постоянную массу пробы определяют по разности результатов взвешивания стаканчика с пробой и пустого стаканчика ($m_c$).

3.2. С использованием прибора Сокслета

3.2.1. Две пробы параллельно помещают в насадки (волокно и жгут заворачивают в фильтровальную бумагу) и заливают растворителем до тех пор, пока он не начнет стекать через отводные трубки в колбы, предварительно доведенные до постоянной массы. Затем добавляют еще примерно половину от объема налитого растворителя, включают подогрев и экстрагируют в течение 3 ч (при этом должно быть не менее 12 сливов растворителя в каждой колбе).

3.2.2. По окончании экстракции каждую пробу отжимают пинцетом, вынимают из насадки и помещают в стаканчик, предварительно доведенный до постоянной массы.

Собранный в колбе растворитель вместе с экстрагированным замасливателем отгоняют на перегонном аппарате.

Отгонку и полное удаление растворителя ведут в вытяжном шкафу. Отгонку ведут до тех пор, пока в колбе не останется 3—5 $см^3$ раствора

Для полного удаления растворителя колбу помещают в сушильный шкаф и выдерживают при давлении от 53 до 80 кПа и температуре (75±5)°С в течение 1 ч или при нормальном давлении и температуре (108±2)°С в течение 1,5 ч. Затем колбу охлаждают в эксикаторе и взвешивают. По разности результатов взвешивания колбы с замасливателем и пустой колбы определяют массу замасливателя ($m_3$).

3.2.3. Отжатую пробу в стаканчике сушат в сушильном шкафу до постоянной массы в соответствии с п. 3.1.3.

Постоянную массу пробы ($m_c$) определяют по разности результатов взвешивания стаканчика с пробой и пустого стаканчика.

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю замасливателя ($X$) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_з}{m_с} \cdot 100,$$

где $m_з$ — масса замасливателя, г;

$m_с$ — постоянная масса пробы, г.

Вычисление проводят с точностью до третьего десятичного знака с последующим округлением до второго десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 10% от большего значения. При превышении расхождения испытание повторяют и за окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов четырех определений.

4.2. Пределы допускаемого значения относительной суммарной погрешности результата измерений ±7% при доверительной вероятности 0,95.

4.3. Протокол испытания приведен в приложении 2.

*ПРИЛОЖЕНИЕ 1*
*Справочное*

### РАСТВОРИТЕЛИ, ПРИМЕНЯЕМЫЕ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ МАССОВОЙ ДОЛИ ЗАМАСЛИВАТЕЛЯ

| Замасливатель | Растворитель |
|---|---|
| А | Петролейный эфир |
| В | » |
| С | Петролейный эфир; метиловый спирт |
| Д | Петролейный эфир |
| Ковил 6517 | Четыреххлористый углерод |
| Синтокс-27 | » |
| Синтокс-20М | » |
| Синтокс-8А | » |
| У-1 | Четыреххлористый углерод, петролейный эфир |

*Продолжение*

| Замасливатель | Растворитель |
|---|---|
| В-1 | Четыреххлористый углерод |
| В-2 | » |
| БВ | » |
| № 13 | » |
| К-160 | » |
| Невиол | » |
| НО-2 | » |
| Синтокс-12 | » |
| АШ-10 | » |
| АШ-12 | » |
| Репрэм-6 | Четыреххлористый углерод; этиловый спирт : диэтиловый эфир (1 : 1) |
| Препарат 22, 22М, 22Н | Четыреххлористый углерод; этиловый спирт |
| Препарат АФК 10К | Четыреххлористый углерод : этиловый спирт (3 : 1) |
| Масло индустриальное И-8А | Четыреххлористый углерод |
| III — 1790—4 | Петролейный эфир |
| IV — Р 652 | Метиловый спирт |
| М-11 | Четыреххлористый углерод |
| БС-20К | » |
| Эстезол AS 6006 | » |
| ОС-20 | Четыреххлористый углерод; четыреххлористый углерод : этиловый спирт (4 : 1) |
| Составы I, II, III, V (для полиэфирного волокна) | Четыреххлористый углерод : этиловый спирт (4 : 1) |
| Лауроке 9 | Четыреххлористый углерод; петролейный эфир |
| Сорбятан С | Четыреххлористый углерод* |
| Сорбиталь С-20 | » |
| Триамон | » |
| Спан-60-Твин-60-Темакс | » |
| ДНС-АЗ | Этиловый спирт : вода (1 : 1) |
| Стеракс-6 | Четыреххлористый углерод, для поливинилхлоридного волокна — этиловый спирт : диэтиловый эфир (1 : 1) |
| Оксиэтилированные фенолы | Этиловый спирт : диэтиловый эфир (1 : 1) |
| Бутафос-К, Бутафос-Н | Четыреххлористый углерод : этиловый спирт (3 : 1)** |
| Бутафос-К: фталапол 10М (1 : 1) | Четыреххлористый углерод : этиловый спирт (3 : 1) |
| АФН | Четыреххлористый углерод : этиловый спирт (3 : 1) |
| Авироль | Четыреххлористый углерод |
| Авироль и Стеарокс-920 | » |
| Терон 390 | » |
| Составы I, III, IV, V (для полиэфирных нитей) | Метиловый спирт |
| ПМС-100 | Четыреххлористый углерод |
| Основа РЖ-8 | Четыреххлористый углерод |

* Для внутризаводских текущих анализов допускается использование изопропилового спирта.

** Для полиамидного резаного волокна соотношение четыреххлористого углерода и этилового спирта может быть изменено.

*ПРИЛОЖЕНИЕ 2*
*Обязательное*

## ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен содержать:
метод определения;
характеристику пробы;
вид растворителя;
массу пробы;
массу замасливателя;
массовую долю замасливателя в процентах;
дату и место проведения испытания;
фамилию и должность лица, проводившего испытание.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Техническим комитетом по стандартизации ТК 301 «Синтетические волокна и нити»

**РАЗРАБОТЧИКИ**

**В. Б. Кваша**, д-р техн. наук; **Л. Н. Митченко**, канд. техн. наук; **Н. Е. Сухарева**, канд. техн. наук; **В. П. Кухарь**, канд. хим. наук, **Р. М. Ильяшенко**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Госстандарта России от 30.03.92 № 309

3. Срок проверки — 1997 г.; периодичность проверки — 5 лет

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 22324—77, ГОСТ 10213.6—73**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

| Обозначение НТД, на которой дана ссылка | Номер пункта |
|---|---|
| ГОСТ 4—84 | 2.1 |
| ГОСТ 1770—74 | 2.1 |
| ГОСТ 2603—79 | 2.1 |
| ГОСТ 6611.0—73 | 1.1 |
| ГОСТ 6709—72 | 2.1 |
| ГОСТ 10213.0—73 | 1.2 |
| ГОСТ 18300—87 | 2.1 |
| ГОСТ 24104—88 | 2.1 |
| ГОСТ 25336—82 | 2.1, 2.2 |

Редактор *Т. И. Василенко*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *В. И. Варенцова*

Сдано в наб. 22.05.92 Подп. в печ. 17.08.92. Усл. п. л. 0,625. Усл. кр. отт. 0,625. Уч.-изд. л. 0,51. Тираж

gost.e-ecolog.ru

Ордена «Знак Почета». Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1321