МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
17824—
2005**

ПОЛИАМИДЫ, ВОЛОКНА, ТКАНИ ПОЛИАМИДНЫЕ

Методы определения экстрагируемых веществ

Издание официальное

БЗ 10—2004/153

Москва
Стандартинформ
2006

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—97 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 301 «Синтетические волокна и нити»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 21 от 21 сентября 2005 г.)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Армстандарт
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	GE	Грузстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Туркменистан	TM	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Госпотребстандарт Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 3 мая 2006 г. № 85-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 17824—2005 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2007 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 17824—81

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта публикуется в указателе «Национальные стандарты».

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе (каталоге) «Национальные стандарты», а текст изменений — в информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Национальные стандарты»

© Стандартинформ, 2006

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Метод определения массовой доли экстрагируемых веществ . . . 2
3.1 Гравиметрический метод (метод 1) . . . 2
4 Методы определения массовой доли водорастворимых низкомолекулярных соединений . . . 4
4.1 Объемный метод (метод 2) . . . 4
4.2 Интерферометрический метод (метод 3) . . . 6
Приложение А (обязательное) Протокол испытания . . . 9
Приложение Б (справочное) Холодильник универсальный . . . 10
Библиография . . . 11

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПОЛИАМИДЫ, ВОЛОКНА, ТКАНИ ПОЛИАМИДНЫЕ

Методы определения экстрагируемых веществ

Polyamides, polyamide fibres, fabrics.
Methods for determination of extractable materials content

Дата введения — 2007—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает:

- гравиметрический метод (метод 1) определения массовой доли экстрагируемых веществ в полиамидах, не содержащих наполнители;

- объемный (метод 2) и интерферометрический (метод 3) методы определения массовой доли водорастворимых низкомолекулярных соединений в полиамидных волокнах и полиамидных (капроновых) технических (кордных) тканях.

Стандарт распространяется на полиамиды, полиамидные волокна и полиамидные (капроновые) технические (кордные) ткани.

Допускается определение массовой доли экстрагируемых веществ в полиамиде 6 методами 2 и 3.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3826—82 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 4145—74 Реактивы. Калий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4165—78 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6611.0—73 Нити текстильные. Правила приемки

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6995—77 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10213.0—2002 Волокно штапельное и жгут химические. Правила приемки и метод отбора проб

ГОСТ 16922—71 Красители органические, полупродукты, текстильно-вспомогательные вещества. Методы испытаний

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 19170—2001 Стекловолокно. Ткань конструкционного назначения. Технические условия

ГОСТ 20023—89 Ткани технические «Эксцельсиор». Технические условия

ГОСТ 23785.0—2001 Ткань кордная. Правила приемки и метод отбора проб

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

Издание официальное

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29104.0—91 Ткани технические. Правила приемки и метод отбора проб

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29252—91 (ИСО 385-2—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без времени ожидания

ГОСТ 29332—92 Волокна и нити химические. Методы определения массовой доли замасливателя

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Метод определения массовой доли экстрагируемых веществ

3.1 Гравиметрический метод (метод 1)

Метод основан на извлечении экстрагируемых веществ путем экстракции кипящей водой (полиамид 6); метанолом или этиловым спиртом (полиамид 6, 610, 12, 66) с последующей отгонкой растворителя и определением гравиметрическим методом массы сухого остатка.

Метод позволяет определять массовую долю экстрагируемых веществ в диапазоне от 1,5 % до 3,0 %.

3.1.1 Отбор проб

Отбор проб полиамида — по документации на материал [1] — [3].

3.1.2 Аппаратура, материалы, реактивы

Для проведения испытания применяют:

- весы специального (I) класса точности по ГОСТ 24104, наибольший предел взвешивания (НПВ) — 200 г, цена деления (d) — 0,0001 г;
- муфельную печь, обеспечивающую нагрев до температуры 400 °С;
- измельчитель вибрационный типа 75Т-ДрМ, позволяющий получать гранулы размером 0,5—1,0 мм;
- шкаф вакуумный, поддерживающий температуру (40 ± 2) °С и давление 2,7 кПа (20 мм рт. ст.);
- сушильный шкаф, поддерживающий температуру (80 ± 5) °С;
- колбонагреватель или электроплитку закрытого типа;
- сито с сеткой № 1 и 0,5 по ГОСТ 3826;
- ткани конструкционные из стеклянных крученых комплексных нитей по ГОСТ 19170 или ткань полиамидную по ГОСТ 20023;
- экстрактор типа Сокслета, состоящий из: колбы К-1-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336, насадки НЭТ-100-ТС по ГОСТ 25336, перехода П1-1-29/32-19/26 ТС по ГОСТ 25336, холодильника шарикового ХШ-1-300-29/32 ХС по ГОСТ 25336;
- эксикатор 1-250 по ГОСТ 25336;
- холодильник ХПТ-1-200(300)-14/23 ХС по ГОСТ 25336;
- насадку Н-1-29/32-14/23-14/23 ТС по ГОСТ 25336;
- стаканчик для взвешивания СВ-19/9 (24/10) по ГОСТ 25336;
- цилиндры 1 (3)-50, 1 (3)-100, 1 (3)-250 по ГОСТ 1770;
- сосуд Дьюара;
- азот жидкий по ГОСТ 9293;
- спирт этиловый ректификованный технический высшего сорта по ГОСТ 18300;
- метанол-яд, ч.д.а., по ГОСТ 6995;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709.

Допускается применять другие средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы, имеющие технические и метрологические характеристики, не уступающие указанным.

3.1.3 Условия проведения испытаний

При выполнении испытаний в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающего воздуха	(20 ± 5) °С;
атмосферное давление	84 — 106,7 кПа (630 — 800 мм рт. ст.);
относительная влажность воздуха	не более 80 % при 25 °С;
частота переменного тока	(50 ± 1) Гц;
напряжение в сети	(220 ± 22) В.

3.1.4 Подготовка к испытанию

3.1.4.1 Подготовка проб

Для испытания гранулы полиамида измельчают на вибрационном измельчителе по инструкции, прилагаемой к прибору.

Для измельчения полиамида 12 и 610 измельчающий пестик вибрационного измельчителя предварительно охлаждают до температуры жидкого азота в сосуде Дьюара вместимостью 250 см^3. Для этого измельчающий пестик помещают в металлический стакан вибрационного измельчителя, взвешивают около 50,0 г полиамида, засыпают навеску в металлический стакан, заливают ее 250—300 см^3 жидкого азота порциями в течение 1—3 мин, выдерживают 5—10 мин и измельчают.

Измельченный полиамид просеивают и отбирают фракцию, проходящую через сито № 1 и задерживающуюся на сите № 0,5.

Если массовая доля воды в полиамиде превышает 3 %, то перед испытанием ее определяют по методу, предусмотренному нормативной или технической документацией на конкретный материал.

3.1.4.2 Подготовка экстракционного пакета

Экстракционный пакет из стеклоткани размером 4 × 9 см выдерживают в муфельной печи при (350 ± 50) °С в течение 5—10 мин. Перед первым применением пакет из стеклоткани или полиамидной ткани экстрагируют в течение 3 ч кипящим этиловым спиртом или метанолом, сушат в течение 2 ч при (40 ± 5) °С и давлении 2,7 кПа или при (80 ± 5) °С и взвешивают.

3.1.5 Проведение испытания

Около 5,000 г просеянного полиамида из фракции, оставшейся на сите с сеткой 0,5, взвешивают в предварительно взвешенном экстракционном пакете, помещают в насадку НЭТ, к которой присоединяют шариковый холодильник. В предварительно высушенную при температуре (80 ± 5) °С в течение 2—3 ч и взвешенную круглодонную колбу заливают 150 см^3 соответствующего экстрагента и соединяют с насадкой НЭТ через переход П-1.

Экстрагирование проводят в течение (3,0 ± 0,2) ч, при этом каждую секунду из шарикового холодильника должны стекать 1—2 капли экстрагента. Колбу отсоединяют так, чтобы весь экстрагент оставался в колбе, далее экстракционный пакет промывают 2—3 раза горячим экстрагентом порциями по 15 см^3, которые присоединяют к экстрагенту в колбе и ведут его отгонку. Затем колбу с остатком помещают в вакуумный шкаф, сушат в течение (6,0 ± 0,1) ч при (40 ± 2) °С и остаточном давлении 2,7 кПа (20 мм рт.ст.) или в сушильном шкафу при (80 ± 5) °С и взвешивают. Результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Массу сухого остатка находят по разности взвешиваний колбы с остатком и чистой колбы.

При возникновении разногласий в оценке массовой доли экстрагируемых веществ в качестве экстрагента применяют метанол.

3.1.6 Обработка результатов

Массовую долю экстрагируемых веществ X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 100}{m}. \qquad (1)$$

Если массовая доля воды в полиамиде превышает 3 %, то массовую долю экстрагируемых веществ X вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 100}{m - \left(\frac{mW}{100}\right)}, \qquad (2)$$

где m_1 — масса остатка после высушивания экстракта, г;

m — масса навески испытуемого материала, г;

W — массовая доля воды, определяемая по 3.1.4.1, %.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных по 3.1.5, расхождение между которыми не должно превышать значений предела повторяемости $r_{абс}$.

Предел повторяемости $r_{абс}$ — 0,1 %, предел воспроизводимости $R_{абс}$ — 0,4 % при доверительной вероятности P = 0,95.

Результаты испытаний заносят в протокол испытания, оформленный в соответствии с приложением А.

4 Методы определения массовой доли водорастворимых низкомолекулярных соединений

4.1 Объемный метод (метод 2)

Метод основан на извлечении низкомолекулярных соединений путем экстракции кипящей водой с последующим превращением их в сульфат аммония и определением массовой доли общего азота по методу Кьельдаля.

Метод позволяет определять массовую долю низкомолекулярных соединений в диапазоне от 1,5 % до 5,0 %.

4.1.1 Отбор проб

Отбор проб полиамида 6 — по документации на материал [4] — [7].

Отбор проб полиамидных волокон – по ГОСТ 6611.0 и ГОСТ 10213.0.

Отбор проб полиамидных (капроновых) технических (кордных) тканей — по ГОСТ 23785.0 и ГОСТ 29104.0.

Для определения массовой доли низкомолекулярных соединений отбирают пробу полиамида 6, полиамидных волокон или тканей массой около 75 г.

4.1.2 Аппаратура, материалы, реактивы

Для проведения испытания применяют:

- весы специального (I) класса точности по ГОСТ 24104, наибольший предел взвешивания (НПВ) — 200 г, цена деления (d) — 0,0001 г;
- шкаф сушильный, поддерживающий температуру (75 ± 5) °С;
- аппарат для встряхивания;
- плитку электрическую закрытого типа мощностью 1 кВт;
- прибор для отгонки аммиака (аналогично ГОСТ 16922), состоящий из перегонной круглодонной колбы К-2-500-34 ТХС или К-1-500-29/32 ТС по ГОСТ 25336; каплеуловителя КО-100 ХС (КО-14/23-100) по ГОСТ 25336; холодильника шарикового ХШ-3-300 ХС по ГОСТ 25336; воронки ВД-3-50 ХС по ГОСТ 25336 и колбы приемника — колбы Кн-2-500-34(40) ТХС по ГОСТ 25336 с нанесенной меткой на 250 $см^3$;
- колбы К-1-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336;
- холодильники шариковые ХШ-1-300(400)-29/32 ХС по ГОСТ 25336;
- колбы Кн-1-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336;
- колбы Кьельдаля 1-500-29/32 ТС по ГОСТ 25336;
- воронки В-75-110(80) ХС по ГОСТ 25336;
- цилиндры 1 (3)-50, 1 (3)-100, 1 (3)-250 по ГОСТ 1770;
- пипетку 2-2-10 по ГОСТ 29169;
- бюретки 1-1(3)-2-10-0,05; 1-2(3)-2-25-0,1 по ГОСТ 29251, ГОСТ 29252;
- стаканчики СН-60/14 по ГОСТ 25336;
- эксикатор 2-190 (250) по ГОСТ 25336;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, х.ч., концентрированную и раствор молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,1 моль/$дм^3$;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$ и раствор с массовой долей 40 %;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- спирт этиловый ректификованный технический высшего сорта по ГОСТ 18300;
- калий сернокислый по ГОСТ 4145, х. ч.;
- медь (II) сернокислую 5-водную по ГОСТ 4165, ч. д. а.;
- цинк гранулированный;

- индикатор смешанный, приготовленный растворением 0,125 г метилового красного и 0,082 г метиленового синего в 100 см^3 этилового спирта;

- катализатор, приготовленный следующим образом: 100,00 г сернокислого калия и 0,60 г сернокислой меди тщательно растирают в фарфоровой ступке или размалывают на мельнице любого типа.

Допускается для отгонки аммиака использовать универсальный холодильник (приложение Б). Нижняя отводная трубка холодильника должна быть оттянута и доходить почти до дна колбы-приемника.

Допускается применять другие средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы, имеющие технические и метрологические характеристики, не уступающие указанным.

4.1.3 Условия проведения испытаний

Условия проведения испытаний — по 3.1.3.

В воздухе лаборатории не должно быть паров аммиака.

4.1.4 Подготовка к испытанию

4.1.4.1 Подготовка проб

Для испытания полиамида 6 пробу готовят по документации на материал [4] — [7].

Для испытания полиамидных волокон и тканей взвешивают 3,1 — 3,2 г образца, помещают его в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и удаляют замасливатель по ГОСТ 29332 с использованием аппарата для встряхивания.

Растворитель сливают, образец вынимают пинцетом из колбы, отжимают между листами фильтровальной бумаги, помещают в стаканчик для взвешивания (бюкса) и сушат при температуре (75 ± 5) °С в течение 2 ч. Затем бюксу с образцом помещают в эксикатор и выдерживают в течение 30 мин.

4.1.5 Проведение испытания

Из подготовленной по 4.1.4.1 пробы взвешивают (1,0000 ± 0,0500) г образца, помещают его в круглодонную колбу вместимостью 250 см^3 и прибавляют в колбу 100 см^3 дистиллированной воды. Колбу соединяют с шариковым холодильником, устанавливают на электрическую плитку и проводят экстракцию в течение (2,0 ± 0,1) ч. Началом экстракции считают момент закипания воды.

Горячий экстракт фильтруют в колбу Кьельдаля, используя любой фильтр. Колбу и остаток на фильтре промывают двумя порциями по 25 см^3 дистиллированной воды, присоединяя промывные воды к экстракту в колбе Кьельдаля, прибавляют 7,50 г катализатора и 10 см^3 концентрированной серной кислоты. Содержимое колбы упаривают на электроплитке до появления белых паров серной кислоты, после чего нагревание продолжают еще (45 ± 5) мин.

Охлажденный остаток с помощью 250 см^3 дистиллированной воды количественно переносят в перегонную колбу вместимостью 500 см^3, добавляют одну гранулу цинка и соединяют колбу с прибором для отгонки аммиака. Приемником служит коническая колба вместимостью 500 см^3, в которую помещают пипеткой 10 см^3 раствора серной кислоты молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3, цилиндром 100 см^3 дистиллированной воды и 5—7 капель смешанного индикатора.

Отводную трубку холодильника погружают в жидкость, находящуюся в приемнике. Через капельную воронку в колбу добавляют 40 см^3 раствора гидроокиси натрия с массовой долей 40 %. Воронку промывают небольшим количеством дистиллированной воды и заливают дистиллированной водой.

Аммиак отгоняют на электроплитке до тех пор, пока общий объем в приемнике не составит 250 см^3. По окончании перегонки опускают колбу-приемник, отгоняют небольшое количество жидкости и обмывают отвод холодильника небольшим количеством дистиллированной воды. Избыток серной кислоты оттитровывают раствором гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 в присутствии смешанного индикатора до перехода окраски индикатора в зеленый цвет.

Параллельно проводят контрольный опыт, помещая в колбу Кьельдаля 150 см^3 дистиллированной воды, 10 см^3 концентрированной серной кислоты и 7,50 г катализатора по вышеописанной методике.

Допускается отгонку аммиака проводить:

- с использованием универсального холодильника (приложение Б);

- непосредственно из колбы Кьельдаля вместимостью 500 см^3, добавив к охлажденному остатку 250 см^3 дистиллированной воды и одну гранулу цинка.

4.1.6 Обработка результатов

Массовую долю низкомолекулярных соединений X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{0,0113k(V_1 - V_2)}{m} \cdot 100, \qquad (3)$$

где 0,0113 — масса низкомолекулярных соединений, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, г/см^3;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование пробы контрольного опыта, см^3;

V_2 — объем раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см^3;

k — коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3;

m — масса навески, г.

Результат вычисляют до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных по 4.1.5, расхождение между которыми не должно превышать значений предела повторяемости $r_{абс}$.

Предел повторяемости $r_{абс}$ — 0,2 %; предел воспроизводимости $R_{абс}$ — 0,7 % при доверительной вероятности P = 0,95.

Результаты испытания заносят в протокол испытания, оформленный в соответствии с приложением А.

4.2 Интерферометрический метод (метод 3)

Метод основан на извлечении низкомолекулярных соединений путем экстракции кипящей водой с последующим измерением разности показателей преломления водного раствора низкомолекулярных соединений и воды и определением массовой доли низкомолекулярных соединений по предварительно построенному градуировочному графику.

Метод позволяет определять массовую долю низкомолекулярных соединений в диапазоне от 1,5 % до 5,0 %.

4.2.1 Отбор проб

Отбор проб — по 4.1.1.

4.2.2 Аппаратура, материалы, реактивы

Для проведения испытания применяют:

- интерферометр типа ЛИР;
- кюветы интерферометра длиной 40 или 80 мм;
- колбу К-1-2000-45/40 ТС по ГОСТ 25336;
- колбы 2-100-2 по ГОСТ 1770;
- холодильник шариковый ХШ-2-250-45/40 ХС по ГОСТ 25336;
- цилиндр 1-1000 по ГОСТ 1770;
- бюретку 1-1-2-100-02 по ГОСТ 29251, ГОСТ 29252;
- пипетки 2-2-25 и 2-2-100 по ГОСТ 29169;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709.

Допускается применять другие средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы, имеющие технические и метрологические характеристики, не уступающие указанным.

4.2.3 Условия проведения испытаний

Условия проведения испытаний — по 3.1.3.

4.2.4 Подготовка к испытанию

4.2.4.1 Подготовка проб

Подготовка проб — по 4.1.3.

4.2.4.2 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика взвешивают около 30,0 г полиамида 6 или отмытого от замасливателя по ГОСТ 29332 волокна, помещают в колбу вместимостью 2000 см^3, прибавляют 1000 см^3 дистиллированной воды и кипятят с шариковым холодильником в течение (2,0 ± 0,1) ч.

Горячий раствор фильтруют через любой фильтр. После охлаждения раствора до комнатной температуры определяют массовую концентрацию низкомолекулярных соединений в экстракте по 4.1.5 настоящего стандарта, помещая в колбу Кьельдаля 100 см^3 экстракта при массовой доле низкомолекулярных соединений в образце 5 % и менее или 25 см^3 экстракта и 75 см^3 дистиллированной воды при массовой доле низкомолекулярных соединений в образце более 5 %.

Массовую концентрацию низкомолекулярных соединений C_0, мг/см^3, вычисляют по формуле

$$C_0 = \frac{0{,}0113k(V_1 - V_2) \cdot 1000}{V_3}, \quad (4)$$

где 0,0113 — масса низкомолекулярных соединений, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, г/см^3;

k — коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование пробы контрольного опыта, см^3;

V_2 — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование анализируемого экстракта, см^3;

V_3 — объем экстракта, взятый для испытания, см^3.

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 из бюретки помещают 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 и 100 см^3 экстракта с известной массовой концентрацией низкомолекулярных соединений, объем раствора во всех колбах доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Одну кювету интерферометра заполняют дистиллированной водой, вторую последовательно анализируемыми растворами. Кюветы помещают в термокамеру прибора, заполненную дистиллированной водой, и после установления четкой картины интерференционных полос совмещают верхнюю и нижнюю части интерференционной картины и снимают показания микрометрического винта.

Нуль прибора устанавливают при заполнении обеих кювет дистиллированной водой.

По полученным данным строят градуировочную зависимость, откладывая по оси абсцисс массу низкомолекулярных соединений в миллиграммах, по оси ординат — показания микрометрического винта.

Градуировочная зависимость аппроксимируется линейным уравнением:

$$y = bx, \quad (5)$$

где y — показания микрометрического винта, деление;

b — коэффициент уравнения, вычисляемый методом наименьших квадратов;

x — масса низкомолекулярных соединений, мг.

График полученного линейного уравнения принимается в качестве градуировочного графика, если отклонение от него точек градуировочной зависимости по оси ординат составляет не более ± 5 делений микрометрического винта.

Градуировочный график проверяют не реже одного раза в три месяца, а также при смене кювет и интерферометра.

Допускается при определении содержания экстрагируемых веществ в полиамиде 6 после литья и вторичном полиамиде 6 градуировочный график строить по капролактаму. Для чего в мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 см^3 стандартного раствора капролактама, содержащего 1 мг капролактама в 1 см^3. Доводят объемы растворов до метки дистиллированной водой, перемешивают и измеряют разность показателей преломления в условиях, описанных выше.

4.2.5 Проведение испытания

Горячий экстракт, полученный по 4.1.5, фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см^3, используя любой фильтр, и охлаждают до комнатной температуры. Экстракционную колбу ополаскивают небольшим количеством дистиллированной воды 2 — 3 см^3 и фильтруют промывную воду в мерную колбу с экстрактом, доводя объем раствора до метки. При недостаточном количестве промывной воды объем раствора в мерной колбе до метки доводят дистиллированной водой.

Заполняют экстрактом кювету интерферометра и проводят измерение в условиях, описанных при построении градуировочного графика.

Массу низкомолекулярных соединений в миллиграммах определяют по градуировочному графику.

4.2.6 Обработка результатов

Массовую долю низкомолекулярных соединений X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_2}{1000m} 100 = \frac{m_2}{10m}, \quad (6)$$

где m_2 — масса низкомолекулярных соединений, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески, г.

Результат вычисляют до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных по 4.2.5, расхождение между которыми не должно превышать значений предела повторяемости $r_{абс}$.

Предел повторяемости $r_{абс}$ — 0,2 %; предел воспроизводимости $R_{абс}$ —0,7 % при доверительной вероятности P = 0,95.

Результаты испытаний заносят в протокол испытания, оформленный в соответствии с приложением А.

При возникновении разногласий в оценке массовой доли низкомолекулярных соединений испытания проводят объемным методом (метод 2).

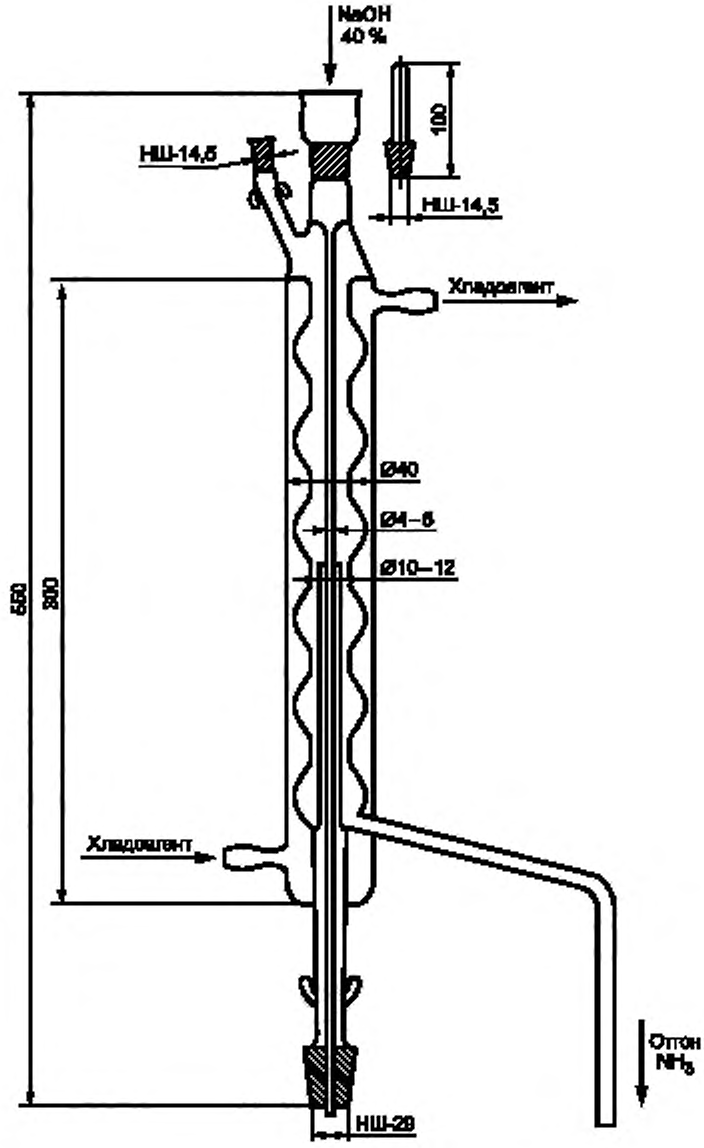
Приложение А
(обязательное)

Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:
- наименование и марку материала;
- обозначение и наименование документации на материал;
- номер партии;
- используемый метод определения;
- применяемый экстрагент;
- результаты испытания;
- дату испытания;
- подпись ответственного за проведение испытания;
- обозначение настоящего стандарта.

Приложение Б
(справочное)

Холодильник универсальный



Библиография

[1]	ТУ 6-05-211-1411—85	Композиции на основе полиамида
[2]	ТУ 6-06-230—91	Полиамид углеродонаполненный марки ПА 6-ЛМ-УВ
[3]	ТУ 6-06-256—92	Полиамид 6 вторичный термо- и светостабилизированный окрашенный марок ПА 6-ЛТ/СО и ПА 6-ЛТ/СО-С
[4]	ОСТ 6-06-С9—93	Полиамид 6. Технические условия
[5]	ТУ 6-06-С143—84	Продукт ПВ. Технические условия
[6]	ТУ 6-13-3—88	Полиамид 6 вторичный
[7]	ТУ РБ 00206262-151—97	Полиамид 6 (пищевой)

УДК 678.675.01:006.354 МКС 59.060.20 Л29 ОКСТУ 2200

Ключевые слова: гравиметрический, объемный, интерферометрический методы, экстракция, экстрагируемые вещества, низкомолекулярные соединения, полиамид, волокно и ткани полиамидные

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 22.05.2006. Подписано в печать 26.06.2006. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,15. Тираж 180 экз. Зак. 433. С 2981.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru