ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МАТЕРИАЛЫ ТЕКСТИЛЬНЫЕ

Методы количественного химического анализа двухкомпонентных смесей волокон

Издание официальное

БЗ 12—99/670

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Автономной некоммерческой организацией «Центр испытания материалов и изделий» (ЦИМИ) и Государственным предприятием «Центральный научно-исследовательский институт хлопчатобумажной промышленности» (ЦНИХБИ)

ВНЕСЕН Госстандартом России, Техническим комитетом по стандартизации ТК 412 «Текстиль»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 29 декабря 1999 г. № 808-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой аутентичный текст стандарта ИСО 1833—77 «Текстиль. Двухкомпонентные смеси волокон. Количественный химический анализ»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2000

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

Содержание

0 Введение 1

1 Общая информация об установленных методах количественного химического анализа двухкомпонентных смесей волокон 2

2 Смеси ацетатного волокна и некоторых других волокон 5

3 Смеси одного белкового волокна и некоторых других волокон 5

4 Смеси вискозного или медно-аммиачного волокон и хлопковых волокон. Анализ с использованием цинката натрия 6

5 Смеси вискозного или определенных типов медно-аммиачного или высокомодульного волокон и хлопковых волокон. Анализ с использованием муравьиной кислоты и хлористого цинка. 7

6 Смеси найлона 6 или найлона 6.6 и некоторых других волокон. 8

7 Смеси ацетатного и триацетатного волокон. Анализ с использованием ацетона. 9

8 Смеси ацетатного и триацетатного волокон. Анализ с использованием бензилового спирта . . 9

9 Смеси триацетатного волокна и некоторых других волокон. 10

10 Смеси целлюлозного и полиэфирного волокон 11

11 Смеси полиакрилонитрильных или поливинилхлоридных волокон и некоторых других волокон . 12

12 Смеси поливинилхлоридных и некоторых других волокон. 13

13 Смеси ацетатного волокна и некоторых поливинилхлоридных волокон. 14

14 Смеси джутового и некоторых животных волокон 14

15 Смеси полипропиленовых волокон и некоторых других волокон. 16

16 Смеси поливинилхлоридных волокон (на основе гомополимера винилхлорида) и некоторых других волокон 17

17 Смеси натурального шелкового волокна и шерстяного волокна или волокна из волос животных . 18

18 Смеси целлюлозных волокон и асбестового волокна 19

к ГОСТ Р ИСО 1833—99 Материалы текстильные. Методы количественного химического анализа двухкомпонентных смесей волокон

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 4.1	растворяются лишь частично	так как растворяются лишь частично

(ИУС № 12 2001 г.)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МАТЕРИАЛЫ ТЕКСТИЛЬНЫЕ

Методы количественного химического анализа двухкомпонентных смесей волокон

Textiles. Binary fibre mixtures.
Quantitative chemical analysis

Дата введения 2001—01—01

0 Введение

Методы, которые устанавливает настоящий стандарт, преимущественно основаны на избирательном растворении отдельного компонента. После удаления компонента нерастворимый остаток взвешивают; долю растворимого компонента вычисляют исходя из потери массы. Общая информация об анализах всех смесей волокон, независимо от их состава, дана в разделе 1 настоящего стандарта. Она должна использоваться в совокупности с последующими отдельными разделами документа, где содержатся детальные описания, касающиеся определенных смесей волокон. Когда анализ основан на принципе, отличном от избирательного растворения, в соответствующем разделе приводят его полное описание.

Смеси волокон во время технологического процесса и, в меньшей степени, отделанные текстильные материалы могут содержать жиры, парафины или аппреты, в естественном состоянии или добавляемые для облегчения технологического процесса. Также могут присутствовать соли и другие растворимые в воде вещества. Некоторые или все их этих веществ могут быть удалены во время анализа и вычислены как растворимый компонент волокон. Для исключения возможной погрешности перед анализом неволокнистые вещества должны быть удалены. Метод предварительной обработки для удаления масел, жиров, парафинов и растворимых в воде веществ описан в разделе 1.

Текстильные материалы могут содержать смолы или другие вещества, добавляемые для обеспечения связи волокон друг с другом или для придания специальных свойств, например, таких, как водоотталкивающие и малосминаемые свойства. Такие вещества, включая красители (в исключительных случаях), могут быть помехой действию реактива на растворимые компоненты и вызвать ошибку, поэтому их следует удалить до проведения анализа пробы. Если удалить такие вещества не представляется возможным, предлагаемые методы количественного химического анализа неприменимы. Краситель в окрашенных волокнах считается составной частью волокна и не удаляется.

Большинство текстильных волокон содержат воду, количество которой зависит от типа волокна и относительной влажности окружающего воздуха. Анализы проводят на основе сухой массы, а процедура определения сухой массы испытываемых проб и остатков, приведена в разделе 1. Результат получают на основе чистых сухих волокон.

Пересчет результатов проводят с учетом:

1) соответствующих поправок на влагосодержание*;
2) соответствующих поправок на влажность, а также на:
   а) волокнистые вещества, удаляемые при предварительной обработке;
   б) неволокнистые вещества (например аппрет, замасливатель или шлихта).

При использовании некоторых методов нерастворимый компонент смеси может быть частично растворен в реактиве, используемом для растворимого компонента. Следует выбирать реактивы, которые очень слабо или совсем не влияют на нерастворимый компонент волокон. Если известно, что во время анализа происходит потеря массы, в результат следует вводить поправку, поправочные коэффициенты для этой цели установлены. Эти поправочные коэффициенты определены в несколь-

* Соответствующие значения — это официально принятые равновесные влажности соответствующих волокон.

Издание официальное

ких лабораториях, при обработке волокон в соответствующем реактиве, указанном в методе анализа волокон, очищенных предварительной обработкой. Эти поправочные коэффициенты применимы только к волокнам с неухудшающимися свойствами, если во время обработки свойства волокон ухудшались, могут потребоваться другие поправочные коэффициенты.

Приведенные методы относятся к единичным (однократным) испытаниям; следует проводить по крайней мере два испытания с использованием отдельных, подлежащих анализу проб, однако, если необходимо, можно проводить и больше.

Перед проведением любого вида анализа все волокна, присутствующие в смеси, должны быть идентифицированы. Для подтверждения результата анализа, если это возможно технически, рекомендуется использовать альтернативные методы анализа, при проведении которых составляющая, являющаяся остатком при стандартом методе, растворяется первой.

Если возможно разделить компоненты смеси вручную, следует отдать предпочтение этому методу, а не химическим методам анализа, которые устанавливает настоящий стандарт.

1 Общая информация об установленных методах количественного химического анализа двухкомпонентных смесей волокон

1.1 Назначение и область применения

Настоящий стандарт распространяется на материалы текстильные и устанавливает методы количественного химического анализа различных двухкомпонентных смесей волокон.

Установленные методы применимы в основном для волокон любого текстильного материала. Если определенные виды текстильного материала исключаются, то это указывают в подразделе «область применения».

1.2 Сущность метода

После идентификации компонентов смеси один компонент удаляют обычно избирательным растворением, взвешивают нерастворимый остаток и, исходя из потери массы, вычисляют долю растворимого компонента. Сначала удаляют волокно, доля которого больше.

1.3 Реактивы

Все используемые реактивы должны быть химически чистыми.

1.3.1 Петролейный эфир двойной перегонки, отбор фракции проводят при температуре 40—60 °С.

1.3.2 Дистиллированная или деионизированная вода.

1.3.3 Дополнительные реактивы, указанные в соответствующих разделах.

1.4 Аппаратура

1.4.1 Стеклянный фильтровальный тигель вместимостью от 30 до 40 $см^3$ с размером пор стеклянного фильтра от 90 до 150 мкм. Тигель должен быть с притертой стеклянной пробкой или с крышкой из часового стекла.

Вместо стеклянного фильтровального тигля можно использовать любые другие средства, обеспечивающие идентичные результаты.

1.4.2 Колба для фильтрования в вакууме.

1.4.3 Эксикатор, содержащий силикагель или другой осушающий наполнитель.

1.4.4 Сушильный шкаф с вентилятором для сушки проб при температуре (105±3) °С.

1.4.5 Аналитические весы, обеспечивающие взвешивание с точностью до 0,0002 г.

1.4.6 Аппарат Сокслета, достаточного размера для обеспечения объема в кубических сантиметрах, в 20 раз превышающего массу пробы в граммах или другая аппаратура, обеспечивающая идентичные результаты.

1.4.7 Дополнительная аппаратура указана в соответствующих разделах настоящего стандарта.

1.5 Климатические условия испытаний

Так как массу пробы определяют по сухому остатку, проведение кондиционирования проб не требуется. Испытания проводят в климатических условиях лаборатории.

1.6 Отбор проб и предварительная обработка элементарной пробы

1.6.1 Отбор проб

Из точечной пробы отбирают две элементарные пробы массой не менее 5 г каждая. Ткани могут содержать нити различного состава, при отборе проб ткани это обстоятельство необходимо учитывать. Обрабатывают пробу согласно 1.6.2.

1.6.2 Предварительная обработка элементарной пробы

Воздушно-сухую элементарную пробу экстрагируют в аппарате Сокслета петролейным эфиром

в течение 1 ч при минимальной скорости 6 циклов в час. Обеспечивают возможность испарения петролейного эфира из пробы, а затем замачивают пробу в течение 1 ч в холодной воде и после этого в воде температурой (65±5) °С еще 1 ч, периодически перемешивая воду. В обоих случаях модуль ванны выдерживают 1:100. Избыток воды удаляют из пробы отжимом, отсасыванием или центрифугированием, затем обеспечивают воздушно-сухую сушку пробы.

Если экстрагировать неволокнистое вещество петролейным эфиром и водой не представляется возможным, его удаляют любым способом, существенно не изменяющим структуру волокон. Однако для некоторых неотбеленных натуральных растительных волокон (например джут, кокосовое волокно) обычная предварительная обработка петролейным эфиром и водой не удаляет все естественные неволокнистые вещества. Тем не менее дополнительная предварительная обработка не применяется, если проба не содержит такие аппреты, которые не растворяются в петролейном эфире и воде.

1.7 Проведение испытаний

1.7.1 Общие указания

1.7.1.1 Сушка

Все операции сушки проводят не менее 4 ч и не более 16 ч при температуре (105±3) °С в сушильном шкафу с вентилятором с плотно закрытой дверцей.

1.7.1.2 Сушка пробы

Пробу сушат в стаканчике для взвешивания, с находящейся рядом крышкой. После сушки закрывают стаканчик крышкой, а затем извлекают его из сушильного шкафа и быстро переносят в эксикатор.

1.7.1.3 Сушка тигля и остатка

Фильтровальный тигель сушат в сушильном шкафу, пробка или крышка должны находиться рядом. После сушки закрывают тигель и быстро переносят его в эксикатор.

1.7.1.4 Охлаждение

Пробу охлаждают в эксикаторе, установленном около весов, не менее 2 ч.

1.7.1.5 Взвешивание

После охлаждения взвешивают стаканчик или тигель в течение 2 мин после их извлечения из эксикатора. Взвешивание проводят с точностью до 0,0002 г.

Примечание — Во время проведения сушки, охлаждения и взвешивания брать тигли, пробы или остатки голыми руками не допускается.

1.7.2 Проведение испытаний

Из каждой предварительно обработанной элементарной пробы, предназначенной для лабораторного анализа, отбирают навеску массой не менее 1 г каждая.

Отобранную пробу нити или ткани измельчают. Высушивают пробу во взвешенном стаканчике, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Переносят пробу в стеклянный сосуд, указанный в разделах настоящего стандарта, сразу же повторно взвешивают стаканчик и определяют сухую массу пробы по разнице весов между стаканчиком с навеской и стаканчиком.

Испытание (анализ) проводят, как указано в соответствующем разделе настоящего стандарта, и исследуют остаток под микроскопом или другим способом, чтобы убедиться в том, что в результате обработки полностью удалено растворимое волокно.

1.8 Обработка результатов

Массу нерастворимого компонента выражают в процентах к общей массе волокон в смеси. Результат для чистой сухой массы рассчитывают в соответствии с 1.8.1, или для чистой сухой массы с согласованными поправками в процентах на влажность, согласно 1.8.2, или согласно 1.8.3 для чистой сухой массы с согласованными поправками в процентах на влажность, а также на:

а) волокнистые вещества, удаленные в ходе предварительной обработки;

б) неволокнистое вещество.

Определяют массовую долю растворимого компонента по разности.

Делают пометки об использованном методе вычисления, если используют метод согласно 1.8.2 или 1.8.3, следует сделать пометки о значениях поправок в процентах.

1.8.1 Массовую долю чистого сухого нерастворимого компонента P, %, вычисляют по формуле

$$P = \frac{100\, m_1\, \alpha}{m_0}, \qquad (1)$$

где α — поправочный коэффициент, представляющий потерю массы нерастворимого остатка в реактиве. Применяемые значения α указаны в соответствующих разделах настоящего стандарта;

m_1 — сухая масса остатка пробы, г;

m_0 — сухая масса пробы, г.

1.8.2 Массовую долю чистого нерастворимого компонента с поправками на влажность $P_м$, %, вычисляют по формуле

$$P_м = \frac{100P(1 + 0{,}01a_2)}{P(1 + 0{,}01\ a_2) + (100 - P)(1 + 0{,}01\ a_1)}, \quad (2)$$

где P — массовая доля чистого сухого нерастворимого компонента, %;

a_1 — поправка для растворимого компонента на влажность, %;

a_2 — поправка для нерастворимого компонента на влажность, %.

1.8.3 Массовую долю чистого нерастворимого компонента в смеси P_A, %, с поправками на влажность, а также на:

а) волокнистое вещество, удаленное в ходе предварительной обработки;

б) неволокнистое вещество;

вычисляют по формуле

$$P_A = \frac{100\ P[1 + 0{,}01\ (a_2 + b_2)]}{P[1 + 0{,}01\ (a_2 + b_2)] + (100 - P)\ [1 + 0{,}01\ (a_1 + b_1)]}, \quad (3)$$

где P — массовая доля чистого сухого нерастворимого компонента, %;

a_1 — поправка для растворимого компонента на влажность, %;

a_2 — поправка для нерастворимого компонента на влажность, %;

b_1 — потеря растворимого волокнистого вещества вследствие предварительной обработки и/или поправка в процентах для растворимого компонента на неволокнистое вещество, %;

b_2 — потеря нерастворимого волокнистого вещества вследствие предварительной обработки и/или поправка в процентах для нерастворимого компонента на неволокнистое вещество, %.

Массовую долю второго компонента P_{2A}, %, вычисляют по формуле

$$P_{2A} = (100 — P_A). \quad (4)$$

Когда используют специальную предварительную обработку, определяют значения b_1 и b_2, если это возможно; для этого каждую составляющую чистых волокон подвергают предварительной обработке, которую можно осуществлять в ходе анализа. Чистые волокна — это волокна без неволокнистых веществ за исключением тех, которые они обычно содержат (или вещества, которые входят в состав исходного материала, или вещества, которые добавляются в процессе изготовления), находясь в состоянии (суровые, отбеленные), в котором они присутствуют в подлежащем анализу материале.

1.9 Погрешность методов

Понятие погрешности отдельных методов связано с воспроизводимостью. А это определяет достоверность — то есть степень совпадения значений, полученных в ходе экспериментов в различных лабораториях или в различные периоды времени, применяя один и тот же метод с использованием проб одной соответствующей смеси.

Результаты анализа считают достоверными и воспроизводимыми, если доверительный интервал оценки доли компонента при доверительной вероятности $P = 95$ % не превышает 2 %.

1.10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать следующие данные:

- ссылку на настоящий стандарт;
- данные о том, относятся ли результаты ко всей композиции или только к отдельному ее компоненту;
- подробное описание любой специальной обработки, которая проводилась для удаления шлихты или аппрета, в дополнение к установленной предварительной обработке;
- отдельные результаты и среднее арифметическое с погрешностью не более 0,1;
- указание на то, как был получен результат. На основе:
- чистой сухой массы;
- чистой сухой массы и поправок в процентах на влажность (значения поправок указать в процентах);

- чистой сухой массы и поправок в процентах на влажность, а также потерю массы волокнистого вещества вследствие предварительной обработки (значения поправок указать в процентах);
- чистой сухой массы и поправок в процентах на влажность, а также потерю массы неволокнистого вещества (значения поправок указать в процентах).

2 Смеси ацетатного волокна и некоторых других волокон

2.1 Область применения

Этот метод применим (после удаления неволокнистого вещества) к двухкомпонентным смесям ацетатного волокна с шерстяным, натуральным шелковым, регенерированным белковым, хлопковым (промытым, отваренным или отбеленным), вискозным, медно-аммиачным, высокомодульным, полиамидным, полиэфирным, полиакрилонитрильным волокнами и стекловолокном. Для смесей с модифицированными волокнами на основе акрилонитрила и смесей с ацетатными волокнами, которые не были поверхностно деацетилированы, этот метод неприменим.

2.2 Сущность метода

Из известной сухой массы смеси удаляют ацетатное волокно, для этого его растворяют ацетоном. Остаток собирают, промывают, сушат и взвешивают. Его массу, с поправкой, если необходимо, вычисляют в процентах к сухой массе смеси. Массовую долю ацетатного волокна определяют по разности.

2.3 Дополнительный реактив

Ацетон — перегонку проводят при температуре 55—57 °С.

2.4 Дополнительная аппаратура

Коническая колба вместимостью не менее 200 $см^3$ с притертой стеклянной пробкой.

2.5 Проведение испытаний

Испытания проводят согласно 1.7.2 и затем в коническую колбу по 2.4 с элементарной пробой добавляют ацетон по 2.3 из расчета 100 $см^3$ на 1 г пробы, встряхивают колбу и оставляют ее в покое на 30 мин при комнатной температуре. После этого сливают жидкость через взвешенный фильтровальный тигель. Повторяют обработку дважды с интервалами в 15 мин так, чтобы общее время обработки в ацетоне составило 1 ч. Остаток промывают в фильтровальном тигле ацетоном и удаляют ацетон отсасыванием. Снова наливают ацетон в тигель и ждут, пока он выйдет под действием силы тяжести. Оставшуюся жидкость удаляют из тигля отсасыванием, высушивают тигель и остаток, охлаждают и взвешивают их.

2.6 Обработка результатов

Вычисляют результаты согласно 1.8. Значение α равно 1.00.

2.7 Погрешность

Результаты анализа считают достоверными и воспроизводимыми, если доверительный интервал оценки доли компонента при доверительной вероятности $P = 95$ % не превышает 2 %.

3 Смеси одного белкового волокна и некоторых других волокон

3.1 Область применения

Этот метод применим (после удаления неволокнистого вещества) к двухкомпонентным смесям некоторых небелковых волокон с одним из следующих белковых волокон:

- шерстяное, химически обработанное шерстяное, суровое и обесклеенное натуральное шелковое, суровое и отбеленное из натурального шелка туссаха, мохеровое, кашемировое, регенерированное белковое на основе казеина;
- некоторые другие волокна в смеси: хлопковое, медно-аммиачное, вискозное, высокомодульное, полиакрилонитрильное, поливинилхлоридное, полиамидное, полиэфирное, полипропиленовое и стекловолокно.

Если присутствуют несколько белковых волокон, то этим методом можно определить их общее количество, а отдельные компоненты определить нельзя.

3.2 Сущность метода

Из известной сухой массы смеси удаляют белковое волокно, для этого его растворяют гипохлоритом натрия. Остаток собирают, промывают, сушат и взвешивают. Массу остатка, с поправкой, если необходимо, вычисляют в процентах к сухой массе смеси. Массовую долю белкового волокна определяют по разности.

3.3 Дополнительные реактивы

3.3.1 Реактив на основе гипохлорита натрия. К гипохлориту натрия концентрации 1 моль/дм^3 (1М) добавляют гидроокись натрия в количестве, достаточном для обеспечения концентрации гидроокиси натрия в растворе до 5 г/дм^3. Возможно установление титра раствора йодометрическим методом, однако его концентрация в диапазоне от 0,9 М до 1,1 М решающего значения не имеет.

3.3.2 Разбавленный раствор уксусной кислоты. Разбавляют 5 см^3 ледяной уксусной кислоты водой до получения 1 дм^3 раствора.

3.4 Дополнительная аппаратура

Стеклянный химический стакан вместимостью не менее 250 см^3.

3.5 Проведение испытаний

Испытания проводят согласно 1.7.2 и затем в химический стеклянный стакан по 3.4 с элементарной пробой добавляют реактив на основе гипохлорита натрия по 3.3.1 из расчета 100 см^3 на 1 г пробы, энергично перемешивают, чтобы проба пропиталась, и выдерживают 30 мин, в течение которых периодически проводят интенсивное перемешивание. Фильтруют содержимое химического стакана через взвешенный фильтровальный тигель, вымывают оставшиеся волокна из химического стакана в тигель небольшим количеством реактива на основе гипохлорита натрия. Удаляют жидкость из тигля отсасыванием и промывают остаток сначала водой, затем разбавленной уксусной кислотой по 3.3.2 и снова водой, после каждой такой промывки жидкость удаляют отсасыванием. Отсасывание не применяют до тех пор, пока промывная жидкость не стечет под действием силы тяжести. Удаляют оставшуюся жидкость из тигля отсасыванием, высушивают тигель и остаток, охлаждают и взвешивают их.

3.6 Обработка результатов

Вычисляют результаты согласно 1.8. Значение α равно 1,00. Исключением является суровое хлопковое волокно для которого $\alpha = 1{,}03$.

3.7 Погрешность

Результаты анализа считают достоверными и воспроизводимыми, если доверительный интервал оценки доли компонента при доверительной вероятности $P = 95$ % не превышает 2 %.

4 Смеси вискозного или медно-аммиачного волокон и хлопковых волокон. Анализ с использованием цинката натрия

4.1 Область применения

Этот метод применим (после удаления неволокнистого вещества) к двухкомпонентным смесям вискозного волокна или большинству использующихся в настоящее время медно-аммиачных и высокомодульных волокон с суровым, промытым, отваренным или отбеленным хлопковым волокном. Если присутствует медно-аммиачное или высокомодульное волокно, проводят предварительный анализ, в результате которого определяют, растворимо оно в реактиве или нет. Метод неприменим к смесям с хлопковым волокном, которое подверглось химической деструкции, и с вискозным волокном, содержащим аппреты или активные красители, которые удалить полностью не представляется возможным, растворяются лишь частично.

4.2 Сущность метода

Из известной сухой массы смеси удаляют вискозное, медно-аммиачное или высокомодульное волокна, для этого их растворяют в растворе цинката натрия. Остаток собирают, промывают, сушат и взвешивают. Его массу с поправкой вычисляют в процентах к сухой массе смеси. Массовую долю вискозного, медно-аммиачного или высокомодульного волокон определяют по разности.

4.3 Дополнительные реактивы

4.3.1 Цинкат натрия (концентрированный раствор). Определяют содержание гидроокиси натрия в гранулах и растворяют 180 г гидроокиси натрия в 180—200 см^3 воды. Непрерывно перемешивают раствор механической мешалкой по 4.4.2 и постепенно прибавляют 80 г окиси цинка чистой для анализа (ч. д. а.) при одновременном постепенном нагревании раствора. После прибавления всего количества окиси цинка нагревают раствор до тех пор, пока он не начнет легко кипеть, продолжают кипячение до получения прозрачного или слегка мутного раствора. Затем охлаждают раствор, добавляют 20 см^3 воды, тщательно перемешивают, охлаждают до комнатной температуры, используя мерную колбу, добавляют воду до получения 500 см^3 раствора. Перед использованием фильтруют раствор через стеклянный фильтр с размером пор от 40 до 90 мкм.

4.3.2 Разбавленный раствор цинката натрия (рабочий раствор). К одной части (измерять точно)

концентрированного раствора цинката натрия по 4.3.1 прибавляют две части воды при одновременном перемешивании. Тщательно смешивают и используют в течение 24 ч с момента приготовления.

4.3.3 Разбавленный раствор аммиака. Разбавляют 200 $см^3$ концентрированного раствора аммиака α = 0,880 $г/см^3$) водой до получения 1 $дм^3$ раствора.

4.3.4 Разбавленный раствор уксусной кислоты. Разбавляют 50 $см^3$ ледяной уксусной кислоты водой до получения 1 $дм^3$ раствора.

4.4 Дополнительная аппаратура

4.4.1 Механическое устройство для встряхивания.

4.4.2 Механическая мешалка.

4.4.3 Коническая колба вместимостью не менее 500 $см^3$ с притертой стеклянной пробкой.

4.5 Проведение испытаний

Проводят испытания согласно 1.7.2 и затем в коническую колбу по 4.4.3 с элементарной пробой добавляют свежий разбавленный раствор цинката натрия по 4.3.2 из расчета 150 $см^3$ на 1 г пробы. Закрывают колбу пробкой и интенсивно встряхивают при помощи механического устройства для встряхивания в течение (20±1) мин. После этого фильтруют содержимое колбы через взвешенный фильтровальный тигель. Удаляют избыток жидкости из тигля отсасыванием, снова помещают остаток в колбу с помощью пинцета, добавляют 100 $см^3$ раствора аммиака по 4.3.3 и встряхивают колбу в течение 5 мин при помощи механического устройства для встряхивания по 4.4.1. Фильтруют содержимое колбы через тот же взвешенный фильтровальный тигель и вымывают оставшиеся волокна из колбы в тигель водой. Промывают тигель и остаток 100 $см^3$ раствора уксусной кислоты по 4.3.4 и затем, тщательно, водой. Отсасывание не применяют до тех пор, пока промывная жидкость не стечет под действием силы тяжести. Удаляют оставшуюся жидкость из тигля отсасыванием, высушивают тигель и остаток, охлаждают и взвешивают их.

4.6 Обработка результатов

Вычисляют результаты согласно 1.8. Значение α для сурового, промытого, отваренного или отбеленного хлопкового волокна равно 1,02.

4.7 Погрешность

Результаты анализа считают достоверными и воспроизводимыми, если доверительный интервал оценки доли компонента при доверительной вероятности P = 95 % не превышает 2 %.

5 Смеси вискозного или определенных типов медно-аммиачного или высокомодульного волокон и хлопковых волокон. Анализ с использованием муравьиной кислоты и хлористого цинка

5.1 Область применения

Этот метод применим (после удаления неволокнистого вещества) к двухкомпонентным смесям вискозного волокна или большинства использующихся в настоящее время медно-аммиачных и высокомодульных волокон с суровым, промытым, отваренным или отбеленным хлопковым волокном. Если присутствует медно-аммиачное или высокомодульное волокно, проводят предварительный анализ, при котором определяют, растворимо оно в реактиве или нет. Метод неприменим к смесям с хлопковым волокном, которое подверглось значительной химической деструкции, и с вискозным, медно-аммиачным или высокомодульным волокнами, которые не растворяются полностью из-за присутствия некоторых несмываемых аппретов или активных красителей, которые не могут быть удалены полностью.

5.2 Сущность метода

Из известной сухой массы удаляют вискозное, медно-аммиачное или высокомодульное волокно. Для этого их растворяют реактивом, состоящим из муравьиной кислоты и хлористого цинка. Остаток собирают, промывают, сушат и взвешивают. Его массу с поправкой вычисляют в процентах к сухой массе смеси. Массовую долю вискозного, медно-аммиачного или высокомодульного волокон определяют по разности.

5.3 Дополнительные реактивы

5.3.1 Реактив, состоящий из муравьиной кислоты и хлористого цинка. Готовят раствор: 20 г безводного (плавленого) хлористого цинка, 68 г безводной муравьиной кислоты или эквивалентное количество водной муравьиной кислоты от 85 до 98 % (по массе) и 12 г воды.

Примечание — Следует помнить о токсичных свойствах этого реактива и предпринимать соответствующие меры безопасности.

5.3.2 Разбавленный раствор аммиака. Разбавляют 20 $см^3$ концентрированного раствора аммиака (α = 0,880 $г/см^3$) водой до получения 1 $дм^3$ раствора.

5.4 Дополнительная аппаратура

5.4.1 Коническая колба вместимостью не менее 200 $см^3$ с притертой стеклянной пробкой.

5.4.2 Нагревательное устройство, способное поддерживать температуру колбы (40±2) °С или (70±2) °С, если используется высокая температура.

5.5 Проведение испытаний

Испытания проводят согласно 1.7.2 и затем без промедления помещают элементарную пробу в коническую колбу по 5.4.1, предварительно нагретую до 40 °С. Добавляют реактив, состоящий из муравьиной кислоты и хлористого цинка по 5.3.1, предварительно нагретый до 40 °С, из расчета 100 г реактива на 1 г пробы. Закрывают колбу пробкой и встряхивают ее. Колбу и ее содержимое выдерживают при температуре 40 °С в течение 2 ч 30 мин, встряхивая с интервалами приблизительно 45 мин.

Фильтруют содержимое колбы через взвешенный фильтровальный тигель и вымывают оставшиеся волокна из колбы в тигель дополнительным количеством реактива. Промывают, используя еще 20 $см^3$ реактива. Тщательно промывают тигель и остаток водой при температуре 40 °С.

Для определенных высокомодульных волокон, для которых вышеизложенный метод не подходит, повторяют анализ, используя новую пробу при температуре реактива (70±2) °С в течение (20±1) мин. Промывают, используя еще 20 $см^3$ реактива, предварительно нагретого до 70 °С, затем тщательно промывают тигель и остаток водой температурой 70 °С. Промывают остаток, используя 100 $см^3$ холодного раствора аммиака по 5.3.2. При выполнении этой операции остаток должен оставаться полностью погруженным в раствор в течение 10 мин, а затем тщательно промывают холодной водой. Отсасывание не применять до тех пор, пока промывная жидкость не стечет под действием силы тяжести. Удаляют оставшуюся жидкость из тигля отсасыванием, высушивают тигель и остаток, охлаждают и взвешивают их.

5.6 Обработка результатов

Вычисляют результаты согласно 1.8. Значение α для всех типов хлопкового волокна равно 1,02. Если используют метод, осуществляемый при высокой температуре, значение α для хлопкового волокна равно 1,03.

5.7 Погрешность

Результаты анализа считают достоверными и воспроизводимыми, если доверительный интервал оценки доли компонента при доверительной вероятности P = 95 % не превышает 2 %.

6 Смеси найлона 6 или найлона 6.6 и некоторых других волокон

6.1 Область применения

Этот метод применим (после удаления неволокнистого вещества) к двухкомпонентным смесям найлона 6 или найлона 6.6 (полиамидных волокон) с хлопковым вискозным, медно-аммиачным, высокомодульным, полиэфирным, полипропиленовым, поливинилхлоридным, полиакрилонитрильным волокнами и стекловолокном. Он применим также к смесям с шерстяным волокном, однако, когда содержание шерстяного волокна превышает 25 %, следует использовать метод, описанный в разделе 3.

6.2 Сущность метода

Из известной сухой массы удаляют полиамидное волокно, для этого его растворяют водным раствором муравьиной кислоты. Остаток собирают, промывают, сушат и взвешивают. Его массу с поправкой, если необходимо, вычисляют в процентах к сухой массе смеси. Массовую долю полиамидного волокна определяют по разности.

6.3 Дополнительные реактивы

6.3.1 Муравьиная кислота 80 %-ная (по массе) (α = 1,186 $г/см^3$). Разбавляют 880 $см^3$ 90 %-ной (по массе) муравьиной кислоты (α = 1,204 $г/см^3$) водой до получения 1 $дм^3$ раствора. В соответствии с альтернативным вариантом разбавляют 780 $см^3$ 98—100 %-ной (по массе) муравьиной кислоты (α = 1,220 $г/см^3$) водой до получения 1 $дм^3$ раствора. Для муравьиной кислоты 77—83 %-ной (по массе) концентрация решающего значения не имеет.

6.3.2 Разбавленный раствор аммиака.

Разбавляют 80 $см^3$ концентрированного раствора аммиака (α = 0,880 $г/см^3$) водой до получения 1 $дм^3$ раствора.

6.4 Дополнительная аппаратура

Коническая колба вместимостью не менее 200 $см^3$ с притертой стеклянной пробкой.

6.5 Проведение испытаний

Проводят испытания согласно 1.7.2 и затем в коническую колбу по 6.4 с элементарной пробой добавляют муравьиную кислоту по 6.3.1 из расчета 100 $см^3$ на 1 г пробы, закрывают пробкой, встряхивают колбу, чтобы смочилась проба, оставляют на 15 мин и в течение этого времени периодически встряхивают. Фильтруют содержимое колбы через взвешенный фильтровальный тигель и вымывают оставшиеся волокна из колбы в тигель дополнительным количеством муравьиной кислоты по 6.3.1. Удаляют из тигля жидкость отсасыванием и промывают остаток на фильтре сначала муравьиной кислотой по 6.3.1, затем горячей водой, разбавленным раствором аммиака по 6.3.2 и холодной водой. После каждой указанной операции промывки жидкость удаляют из тигля отсасыванием. Отсасывание не применяют до тех пор, пока промывная жидкость не стечет под действием силы тяжести. Удаляют оставшуюся жидкость из тигля отсасыванием, высушивают тигель и остаток, охлаждают и взвешивают их.

6.6 Обработка результатов

Вычисляют результаты согласно 1.8. Значение α равно 1,00.

6.7 Погрешность

Результаты анализа считают достоверными и воспроизводимыми, если доверительный интервал оценки доли компонента при доверительной вероятности $P = 95$ % не превышает 2 %.

7 Смеси ацетатного и триацетатного волокон. Анализ с использованием ацетона

7.1 Область применения

Этот метод применим (после удаления неволокнистого вещества) к смесям ацетатного волокна с триацетатным.

7.2 Сущность метода

Из известной сухой массы смеси удаляют ацетатное волокно, для этого его растворяют водным 70 %-ным раствором ацетона. Остаток собирают, промывают, сушат и взвешивают. Его массу с поправкой вычисляют в процентах к сухой массе смеси. Массовую долю ацетатного волокна определяют по разности.

7.3 Дополнительный реактив

Водный раствор ацетона, 70 % (по объему). Разбавляют 700 $см^3$ ацетона водой до получения 1 $дм^3$ раствора.

7.4 Дополнительная аппаратура

7.4.1 Коническая колба вместимостью не менее 200 $см^3$ с притертой стеклянной пробкой.

7.4.2 Механическое устройство для встряхивания.

7.5 Проведение испытаний

Испытания проводят согласно 1.7.2 и затем в коническую колбу по 7.4.1 с элементарной пробой добавляют водный ацетон по 7.3 из расчета 80 $см^3$ на 1 г пробы, встряхивают колбу в течение 1 ч при помощи механического устройства для встряхивания, после этого сливают жидкость через взвешенный фильтровальный тигель. Снова наливают в колбу с остатком 60 $см^3$ водного раствора ацетона, встряхивают вручную и сливают жидкость через фильтровальный тигель. Эту обработку повторяют дважды с переносом волокон в тигель. Вымывают оставшиеся волокна из колбы в тигель небольшим количеством водного раствора ацетона, жидкость удаляют отсасыванием. Снова наполняют тигель водным раствором ацетона и обеспечивают его выход под действием силы тяжести. Удаляют оставшуюся жидкость отсасыванием, высушивают тигель и остаток, охлаждают и взвешивают их.

7.6 Обработка результатов

Вычисляют результаты согласно 1.8. Значение α равно 1,01.

7.7 Погрешность

Результаты анализа считают достоверными и воспроизводимыми, если доверительный интервал оценки доли компонента при доверительной вероятности $P = 95$ % не превышает 2 %.

8 Смеси ацетатного и триацетатного волокон. Анализ с использованием бензилового спирта

8.1 Область применения

Этот метод применим (после удаления неволокнистого вещества) к смесям ацетатного волокна с триацетатным.

8.2 Сущность метода

Из известной сухой массы смеси удаляют ацетатное волокно, для этого его растворяют бензиловым спиртом. Остаток собирают, промывают, сушат и взвешивают. Его массу с поправкой вычисляют в процентах к сухой массе смеси. Массовую долю ацетатного волокна определяют по разности.

8.3 Дополнительные реактивы

8.3.1 Бензиловый спирт.

8.3.2 Этиловый эфир.

8.4 Дополнительная аппаратура

8.4.1 Коническая колба вместимостью не менее 200 $см^3$ с притертой стеклянной пробкой.

8.4.2 Механическое устройство для встряхивания.

8.4.3 Нагревательное устройство, способное поддерживать температуру колбы (52±2) °С (например, водяная баня с термостатом).

8.5 Проведение испытаний

Испытания проводят согласно 1.7.2 и затем в коническую колбу по 8.4.1 с элементарной пробой добавляют бензиловый спирт из расчета 100 $см^3$ на 1 г пробы, закрывают колбу пробкой и помещают в водяную баню, поддерживающую температуру (52±2) °С. Затем колбу, находящуюся в водяной бане, интенсивно встряхивают при помощи механического устройства для встряхивания в течение (20±1) мин. Фильтруют содержимое колбы через взвешенный фильтровальный тигель. Остаток снова помещают в колбу пинцетом, наливают в колбу новую порцию бензилового спирта и встряхивают, как указано выше, при температуре (52±2) °С в течение (20±1) мин. Фильтруют содержимое колбы через тот же самый взвешенный фильтровальный тигель и повторяют обработку третий раз с использованием третьей порции бензилового спирта. Сливают жидкость вместе с остатком в тот же самый взвешенный фильтровальный тигель. Вымывают оставшиеся волокна из колбы в тигель дополнительным количеством бензилового спирта температурой (52±2) °С. Удаляют жидкость из тигля отсасыванием. Переносят волокна в колбу, промывают этиловым эфиром и после встряхивания вручную сливают жидкость, используя тот же самый фильтровальный тигель. Операцию промывания осуществляют три раза. Переносят остаток в фильтровальный тигель. Удаляют жидкость из тигля отсасыванием, высушивают тигель и остаток, охлаждают и взвешивают их.

8.6 Обработка результатов

Вычисляют результаты согласно 1.8. Значение α равно 1,00.

8.7 Погрешность

Результаты анализа считают достоверными и воспроизводимыми, если доверительный интервал оценки доли компонента при доверительной вероятности $P = 95$ % не превышает 2 %.

9 Смеси триацетатного волокна и некоторых других волокон

9.1 Область применения

Этот метод применим (после удаления неволокнистого вещества) к двухкомпонентным смесям триацетатного волокна с шерстяным, регенерированным белковым, хлопковым (промытым, отваренным или отбеленным), вискозным, медно-аммиачным, высокомодульным, полиамидным, полиэфирным, полиакрилонитрильным волокнами и стекловолокном. Этот метод применим только к триацетатным волокнам, частично гидролизованным специальной заключительной обработкой, в этом случае необходимо использовать соответствующий дополнительный коэффициент.

9.2 Сущность метода

Из известной сухой массы смеси удаляют триацетатное волокно, для этого его растворяют дихлорметаном. Остаток собирают, промывают, сушат и взвешивают. Его массу с поправкой, если необходимо, вычисляют в процентах к сухой массе смеси. Массовую долю триацетатного волокна определяют по разности.

9.3 Дополнительные реактивы

Дихлорметан (метиленхлорид).

Примечание — Необходимо помнить о токсичных свойствах этого реактива и предпринимать соответствующие меры безопасности.

9.4 Дополнительная аппаратура

Коническая колба вместимостью не менее 200 $см^3$ с притертой стеклянной пробкой.

9.5 Проведение испытаний

Испытания проводят согласно 1.7.2 и затем в коническую колбу по 9.4 с элементарной пробой добавляют дихлорметан по 9.3 из расчета 100 $см^3$ на 1 г пробы, закрывают колбу пробкой, встряхивают ее для обеспечения смачивания пробы. Выдерживают колбу в течение 30 мин, мягко встряхивая ее с интервалами приблизительно 10 мин. Сливают жидкость через взвешенный фильтровальный тигель. В колбу с остатком наливают 60 $см^3$ дихлорметана и встряхивают ее вручную. Фильтруют содержимое колбы через фильтровальный тигель. Вымывают оставшиеся волокна из колбы в тигель дополнительным количеством дихлорметана и обеспечивают возможность его выхода под действием силы тяжести. Удаляют оставшуюся жидкость из тигля отсасыванием. Высушивают тигель и остаток, охлаждают и взвешивают их.

9.6 Обработка результатов

Вычисляют результаты согласно 1.8. Значение α равно 1,00; исключением является полиэфирное волокно, для которого $\alpha = 1{,}01$.

Примечание — В случае триацетатного волокна, которое может растворяться в реактиве лишь частично, результат, представляющий массовую долю триацетатного волокна, полученный обычным вычислением, следует умножить на 1,02. Для определения массовой доли другого волокна из 100 следует вычесть массовую долю триацетатного волокна, полученную так, как описано выше.

9.7 Погрешность

Результаты анализа считают достоверными и воспроизводимыми, если доверительный интервал оценки доли компонента при доверительной вероятности $P = 95$ % не превышает 2 %.

10 Смеси целлюлозного и полиэфирного волокон

10.1 Область применения

Этот метод применим (после удаления неволокнистого вещества) к смесям натуральных целлюлозных и гидратцеллюлозных волокон с полиэфирным волокном.

10.2 Сущность метода

Из известной сухой массы смеси удаляют целлюлозное волокно, для этого его растворяют 75 %-ной (по массе) серной кислотой. Остаток собирают, промывают, сушат и взвешивают. Его массу вычисляют в процентах к сухой массе смеси. Массовую долю целлюлозного волокна определяют по разности.

10.3 Дополнительные реактивы

10.3.1 Серная кислота, 75 %-ная (по массе). Соответствующий реактив готовят добавлением 700 $см^3$ концентрированной серной кислоты ($\alpha = 1{,}84$ г/$см^3$) в 350 $см^3$ дистиллированной воды; разбавление осуществляют при охлаждении емкости с раствором на водяной бане, проявляя осторожность. После охлаждения раствора до комнатной температуры добавляют воду до получения 1 $дм^3$ раствора. Для серной кислоты 73—77 %-ной (по массе) концентрация решающего значения не имеет.

10.3.2 Разбавленный раствор аммиака

Разбавляют 80 $см^3$ концентрированного раствора аммиака ($\alpha = 0{,}880$ г/$см^3$) водой до получения 1 $дм^3$ раствора.

10.4 Дополнительная аппаратура

10.4.1 Коническая колба вместимостью не менее 500 $см^3$ с притертой стеклянной пробкой.

10.4.2 Нагревательное устройство, способное поддерживать температуру колбы (50±5) °С.

10.5 Проведение испытаний

Испытания проводят согласно 1.7.2 и затем в коническую колбу по 10.4.1 с элементарной пробой добавляют серную кислоту по 10.3.1 из расчета 200 $см^3$ на 1 г пробы; закрывают колбу пробкой и тщательно встряхивают ее, чтобы смочилась проба. Выдерживают колбу при температуре (50±5) °С в течение 1 ч, мягко встряхивают колбу с содержимым с интервалами приблизительно 10 мин. Фильтруют содержимое колбы через взвешенный фильтровальный тигель отсасыванием. Вымывают оставшиеся волокна из колбы в тигель дополнительным количеством серной кислоты по 10.3.1. Удаляют жидкость из тигля отсасыванием, промывают остаток на фильтре один раз заполнением тигля новой порцией серной кислоты по 10.3.1, затем несколько раз холодной водой, два раза разбавленным раствором аммиака по 10.3.2 и снова, тщательно, холодной водой. Каждый раз жидкость удаляют из тигля отсасыванием.

Отсасывание не применяют до тех пор, пока промывная жидкость не стечет под действием

силы тяжести. Удаляют оставшуюся жидкость из тигля отсасыванием, высушивают тигель и остаток, охлаждают и взвешивают их.

10.6 Обработка результатов

Вычисляют результаты согласно 1.8. Значение α равно 1,00.

10.7 Погрешность

Результаты анализа считают достоверными и воспроизводимыми, если доверительный интервал оценки доли компонента при доверительной вероятности $P = 95$ % не превышает 2 %.

11 Смеси полиакрилонитрильных или поливинилхлоридных волокон и некоторых других волокон

11.1 Область применения

Этот метод применим (после удаления неволокнистого вещества) к двухкомпонентным смесям полиакрилонитрильного, модифицированных волокон на основе акрилонитрила или определенных поливинилхлоридных волокон с животным, хлопковым (промытым, отваренным или отбеленным), вискозным, медно-аммиачным, высокомодульным, полиамидным, полиэфирным волокнами или стекловолокном. Метод применим также к полиакрилонитрильным волокнам, окрашенным протравными красителями, а к полиакрилонитрильным волокнам, открашенным металлосодержащими красителями, не применим.

11.2 Сущность метода

Из известной сухой массы смеси удаляют полиакрилонитрильное волокно, модифицированное волокно на основе акрилонитрила или поливинилхлоридное волокно. Для этого их растворяют диметилформамидом при температуре 90—95 °С. Остаток собирают, промывают, сушат и взвешивают. Его массу, с поправкой, если необходимо, вычисляют в процентах к сухой массе смеси. Массовую долю полиакрилонитрильного волокна, модифицированного волокна на основе акрилонитрила или поливинилхлоридного волокна определяют по разности.

11.3 Дополнительный реактив

Диметилформамид температурой кипения 152—154 °С.

Примечание — Необходимо помнить о токсичных свойствах этого реактива и предпринимать соответствующие меры безопасности.

11.4 Дополнительная аппаратура

11.4.1 Коническая колба вместимостью не менее 200 см^3 с притертой стеклянной пробкой.

11.4.2 Нагревательное устройство, способное поддерживать температуру колбы 90—95 °С.

11.5 Проведение испытаний

Испытания проводят согласно 1.7.2 и затем в коническую колбу по 11.4.1 с элементарной пробой добавляют диметилформамид по 11.3 из расчета 80 см^3 на 1 г пробы, закрывают колбу пробкой и встряхивают ее, чтобы смочилась проба. Затем нагревают колбу в течение 1 ч при температуре 90—95 °С. В течение этого времени мягко встряхивают колбу с содержимым вручную пять раз с интервалами. Сливают жидкость через взвешенный фильтровальный тигель, волокна при этом удерживают в колбе. Добавляют в колбу еще 60 см^3 диметилформамида и нагревают в течение 30 мин при температуре 90—95 °С, в течение этого времени мягко встряхивают колбу и содержимое два раза. Фильтруют содержимое колбы через фильтровальный тигель отсасыванием. Вымывают оставшиеся волокна из колбы в тигель водой. Удаляют жидкость из тигля отсасыванием. Промывают остаток водой два раза, для этого тигель заполняют водой и после выхода жидкости под действием силы тяжести оставшуюся воду удаляют отсасыванием.

Если остаток представляет собой полиамидное или полиэфирное волокно, то тигель и остаток высушивают, а затем охлаждают и взвешивают их.

Если остаток представляет собой животное, хлопковое, вискозное, медно-аммиачное или высокомодульное волокна, его переносят пинцетом в колбу вместимостью 200 см^3 с притертой стеклянной пробкой, наливают 160 см^3 воды и выдерживают 5 мин при комнатной температуре, в течение этого времени колбу и содержимое интенсивно встряхивают с интервалами. Сливают воду через тигель и повторяют промывку еще три раза. После последней промывки фильтруют содержимое колбы через тигель отсасыванием. Вымывают оставшиеся волокна из колбы в тигель водой. Удаляют жидкость из тигля отсасыванием, высушивают тигель и остаток, охлаждают и взвешивают их.

11.6 Обработка результатов

Вычисляют результаты согласно 1.8. Значение α указано ниже:

натуральное шелковое волокно	1,00
найлон 6 и 6.6 или 11 (полиамидное волокно)	1,01
шерстяное волокно	1,01
промытое, отваренное или отбеленное хлопковое волокно	1,01
вискозное, медно-аммиачное, высокомодульное волокно	1,01
полиэфирное волокно	1,02.

11.7 Погрешность

Результаты анализа считают достоверными и воспроизводимыми, если доверительный интервал оценки доли компонента при доверительной вероятности $P = 95$ % не превышает 2 %.

12 Смеси поливинилхлоридных и некоторых других волокон

12.1 Область применения

Этот метод применим (после удаления неволокнистого вещества) к смесям определенных поливинилхлоридных волокон независимо от того, перхлорированные они или нет, с натуральным шелковым, шерстяным, хлопковым, вискозным, медно-аммиачным, высокомодульным, полиамидным, полиэфирным, полиакрилонитрильным волокнами и стекловолокном. Когда содержание шерстяного или натурального шелкового волокон в смеси превышает 25 %, используют метод, описанный в разделе 3. Когда содержание найлона 6 или найлона 6.6 в смеси превышает 25 %, используют метод, описанный в разделе 6.

12.2 Сущность метода

Из известной сухой массы смеси удаляют поливинилхлоридное волокно, для этого его растворяют азеотропной смесью сероуглерода и ацетона. Остаток собирают, промывают, высушивают и взвешивают. Его массу с поправкой, если необходимо, вычисляют в процентах к сухой массе смеси. Массовую долю поливинилхлоридного волокна определяют по разности.

12.3 Дополнительные реактивы

12.3.1 Азеотропная смесь сероуглерода и ацетона. Смешивают 555 см^3 сероуглерода с 445 см^3 ацетона.

Примечание — Необходимо помнить о токсичных свойствах этого реактива и предпринимать соответствующие меры безопасности.

12.3.2 Этанол (92 %) или метанол.

12.4 Дополнительная аппаратура

12.4.1 Коническая колба вместимостью не менее 200 см^3 с притертой стеклянной пробкой.

12.4.2 Механическое устройство для встряхивания.

12.4.3 Небольшое часовое стекло.

12.5 Проведение испытаний

Испытания проводят согласно 1.7.2 и затем в коническую колбу по 12.4.1 с элементарной пробой добавляют реактив, представляющий собой смесь сероуглерода и ацетона по 12.3.1, из расчета 100 см^3 на 1 г пробы. Закрывают колбу плотно пробкой и встряхивают при помощи механического устройства для встряхивания в течение 20 мин. В начале процесса ослабляют пробку один или два раза, чтобы исключить избыточное давление. Сливают всплывающую жидкость через взвешенный фильтровальный тигель. Повторяют обработку с использованием 100 см^3 реактива по 12.3.1. Продолжают такие обработки до тех пор, пока капля экстракционной жидкости не оставит осадка поливинилхлоридного волокна после испарения с часового стекла. Вымывают оставшиеся волокна из колбы в фильтровальный тигель большим количеством реактива; удаляют жидкость отсасыванием, промывают тигель и остаток три раза этанолом по 12.3.2, а затем три раза водой. Отсасывание не применяют до тех пор, пока промывная жидкость не стечет под действием силы тяжести. Удаляют оставшуюся жидкость из тигля отсасыванием, высушивают тигель и остаток, охлаждают и взвешивают их.

Примечание — В случае некоторых смесей с высоким содержанием поливинилхлоридного волокна во время сушки может иметь место значительная усадка пробы, что, в свою очередь, может стать причиной замедления растворения поливинилхлоридного волокна растворителем. Однако это не сказывается на степени его растворения растворителем.

12.6 Обработка результатов

Вычисляют результаты согласно 1.8. Значение α равно 1,00.

12.7 Погрешность

Результаты анализа считают достоверными и воспроизводимыми, если доверительный интервал оценки доли компонента при доверительной вероятности $P = 95$ % не превышает 2 %.

13 Смеси ацетатного волокна и некоторых поливинилхлоридных волокон

13.1 Область применения

Этот метод применим (после удаления неволокнистого вещества) к смесям ацетатного волокна с определенными поливинилхлоридными волокнами или с поливинилхлоридными волокнами, подвергнутыми хлорированию.

13.2 Сущность метода

Из известной сухой массы смеси удаляют ацетатное волокно, для этого его растворяют ледяной уксусной кислотой. Остаток собирают, промывают, сушат и взвешивают. Его массу с поправкой вычисляют в процентах к сухой массе смеси. Массовую долю ацетатного волокна определяют по разности.

13.3 Дополнительный реактив

Ледяная уксусная кислота; перегонку проводят при температуре 117—119 °С.

Примечание — Необходимо помнить о токсичных свойствах этого реактива и предпринимать соответствующие меры безопасности.

13.4 Дополнительная аппаратура

13.4.1 Коническая колба вместимостью не менее 200 $см^3$ с притертой стеклянной пробкой.

13.4.2 Механическое устройство для встряхивания.

13.5 Проведение испытаний

Испытания проводят согласно 1.7.2 и затем в коническую колбу по 13.4.1 с элементарной пробой добавляют ледяную уксусную кислоту по 13.3 из расчета 100 $см^3$ на 1 г пробы. Закрывают колбу пробкой и встряхивают ее в течение 20 мин при помощи механического устройства для встряхивания. Сливают всплывшую жидкость через взвешенный фильтровальный тигель. Повторяют обработку еще два раза, каждый раз используя 100 $см^3$ реактива, всего должно быть три экстракции. Переносят остаток в фильтровальный тигель и удаляют жидкость из тигля отсасыванием. Промывают тигель и остаток 100 $см^3$ уксусной кислоты по 13.3, а затем водой три раза. После каждой промывки жидкость должна выходить через тигель в течение 2 мин, по истечении этого времени начинают отсасывание. Высушивают тигель и остаток, охлаждают и взвешивают их.

13.6 Обработка результатов

Вычисляют результаты согласно 1.8. Значение α равно 1,00.

13.7 Погрешность

Результаты анализа считают достоверными и воспроизводимыми, если доверительный интервал оценки доли компонента при доверительной вероятности $P = 95$ % не превышает 2 %.

14 Смеси джутового и некоторых животных волокон

Примечание — Сущность этого метода отлична от общей сущности методов, основанных на избирательной растворимости, который описан в разделе 1. Здесь этот метод описан полностью.

14.1 Область применения

Этот метод применим (после удаления неволокнистого вещества) к двухкомпонентным смесям джутового волокна с животными волокнами. Компонент, представляющий собой животное волокно, может быть из волос, шерстяного волокна или из любой смеси волос и шерстяного волокна.

К изделиям, в которых красители или аппреты содержат азот, метод не применим.

14.2 Сущность метода

Определяют массовую долю азота в смеси. Исходя из полученного результата известных или предполагаемых массовых долей азота в двух компонентах, вычисляют долю каждого компонента.

14.3 Реактивы

Все реактивы должны быть чистыми для анализа (ч. д. а.):

14.3.1 Толуол.

14.3.2 Метанол.

14.3.3 Серная кислота, $\alpha = 1{,}84$ $г/см^3$.

14.3.4 Сульфат калия.

14.3.5 Двуокись селена.

14.3.6 Раствор гидроокиси натрия — 400 г/дм^3.

Растворяют 400 г гидроокиси натрия в 400—500 см^3 воды, смешивают с 0,5 г бромкрезола зеленого, растворенного в 475 см^3 этанола и 25 см^3 воды.

14.3.7 Смешанный индикатор

Растворяют 0,1 г метила красного в 95 см^3 этанола и 5 см^3 воды, затем смешивают с 0,5 г бромкрезола зеленого, растворенного в 475 см^3 этанола и 25 см^3 воды.

14.3.8 Раствор борной кислоты

Растворяют 20 г борной кислоты в 1 дм^3 воды.

14.3.9 Серная кислота, 0,02 н, титрованный раствор.

Примечание — Серная кислота, сульфат калия и двуокись селена не должны содержать азот.

14.4 Аппаратура

14.4.1 Колба Къельдаля для выпаривания, вместимостью 200—300 см^3.

14.4.2 Колба мерная вместимостью 200 см^3.

14.4.3 Перегонный аппарат Къельдаля с вводом пара.

14.4.4 Аппарат для титрования, погрешность не более 0,05 см^3.

14.5 Отбор проб и предварительная их обработка

14.5.1 Отбор проб

Перед проведением испытаний две элементарные пробы массой не менее 5 г каждая подвергают предварительной обработке по 14.5.2.

14.5.2 Предварительная обработка элементарной пробы

Осуществляют экстракцию воздушно-сухой пробы в аппарате Сокслета, используя смесь из одной части толуола и трех частей метанола, в течение 4 ч с минимальной скоростью 5 циклов в час.

Обеспечивают возможность испарения растворителя из пробы в воздух, а последние его остатки удаляют в сушильном шкафу при температуре (105±3) °С. Затем экстрагируют пробы водой (50 см^3 на 1 г пробы) кипячением с обратным холодильником в течение 30 мин. Фильтруют, переносят пробу в колбу и повторно экстрагируют водой. Фильтруют, удаляют избыточную воду из пробы отжимом, отсасыванием или центрифугированием, а затем обеспечивают возможность перехода пробы в состояние, при котором она воздушно-сухая.

Примечание — Следует помнить о токсичных свойствах толуола и метанола и предпринимать соответствующие меры безопасности.

14.6 Проведение испытаний

14.6.1 Общие указания

Знакомятся с общими указаниями согласно 1.7.1.

14.6.2 Подробное описание проведения испытаний

От каждой элементарной пробы, подготовленной по 14.5.2, отбирают навески массой не менее 1 г каждая. Высушивают пробу в стаканчике для взвешивания, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Переносят пробу в сухую колбу Къельдаля для вываривания и снова взвешивают стаканчик. Определяют сухую массу пробы по разности.

В колбу для вываривания с элементарной пробой в указанном порядке вносят 2,5 г сульфата калия по 14.3.4, 0,1—0,2 г двуокиси селена по 14.3.5 и 10 см^3 серной кислоты по 14.3.3. Нагревают колбу сначала медленно, до разрушения всего волокна, а затем более интенсивно, до тех пор, пока раствор не станет прозрачным и почти бесцветным. Продолжают нагревать еще 15 мин. После этого колбу охлаждают, разбавляют содержимое 10—20 см^3 воды, проявляя осторожность, снова охлаждают и переносят содержимое в мерную колбу вместимостью 200 см^3. Затем добавляют воду до отметки, чтобы получить вываренный раствор. В коническую колбу перегонного аппарата вместимостью 100 см^3 добавляют 20 см^3 раствора борной кислоты по 14.3.8 и помещают колбу под холодильником перегонного аппарата Къельдаля так, чтобы подающая трубка находилась несколько ниже поверхности раствора борной кислоты. Переносят 10 см^3 вываренного раствора в колбу для перегонки и не менее 5 см^3 раствора гидроокиси натрия по 14.3.6 в воронку; затем приподнимают пробку и медленно выливают раствор гидроокиси натрия в колбу. Если вываренный раствор и раствор гидроокиси натрия остаются разделенными (два отдельных слоя), то их перемешивают. Медленно нагревают перегонную колбу и впускают в нее пар из генератора. Собирают 20 см^3 дистиллята,

опускают приемник так, чтобы кончик подающей трубки находился выше уровня поверхности жидкости примерно на 20 мм и осуществляют перегонку в течение 1 мин или дольше. Промывают кончик подающей трубки водой, промывную жидкость собирают в приемник. Удаляют приемник, а на его место устанавливают второй приемник, содержащий 10 см^3 раствора борной кислоты и собирают 10 см^3 дистиллята. Титруют два дистиллята раздельно серной кислотой по 14.3.9, используя смешанный индикатор по 14.3.7. Делают отметку о полном титре для двух дистиллятов. Если титр для второго дистиллята более 0,2 см^3, считают результат неудовлетворительным и повторяют перегонку, используя новую порцию выварочного раствора.

Проводят контрольный опыт, то есть вываривание и перегонку осуществляют только с использованием реактивов.

14.7 Обработка результатов

14.7.1 Массовую долю азота в чистой сухой пробе A, %, вычисляют по формуле

$$A = \frac{28\,(V_1 - V_2)\,T}{m_0}, \qquad (1)$$

где V_1 — общий объем серной кислоты по 14.3.9, израсходованной при анализе пробы, см^3;

V_2 — общий объем серной кислоты по 14.3.9, израсходованной при контрольном опыте, см^3;

T — концентрация серной кислоты по 14.3.9, выраженная через нормальность;

m_0 — сухая масса пробы, г.

14.7.2 Используя 0,22 % массовой доли азота в джутовом волокне и 16,2 % массовой доли азота в животном волокне (оба являются показателями сухой массы волокна), вычисляют массовую долю животного волокна в чистой сухой пробе смеси P_A, %, по формуле

$$P_A = \frac{A - 0{,}22}{16{,}2 - 0{,}22}\,100, \qquad (2)$$

14.8 Погрешность

Результаты анализа считают достоверными и воспроизводимыми, если доверительный интервал оценки доли компонента при доверительной вероятности $P = 95$ % не превышает 2 %.

15 Смеси полипропиленовых волокон и некоторых других волокон

15.1 Область применения

Этот метод применим (после удаления неволокнистого вещества) к двухкомпонентным смесям полипропиленовых волокон с шерстяным, натуральным шелковым, хлопковым, вискозным, медно-аммиачным, высокомодульным, ацетатным, триацетатным, полиамидным, полиэфирным, полиакрилонитрильным волокнами и стекловолокном.

15.2 Сущность метода

Из известной сухой массы смеси удаляют полипропиленовое волокно, для этого его растворяют кипящим ксилолом. Остаток собирают, промывают, сушат и взвешивают. Его массу с поправкой, если необходимо, вычисляют в процентах к сухой массе смеси. Массовую долю полипропиленового волокна определяют по разности.

15.3 Дополнительный реактив

Ксилол, перегонку проводят при температуре 137—139 °С.

Примечание — Следует помнить о токсичных свойствах этого реактива и предпринимать соответствующие меры безопасности.

15.4 Дополнительная аппаратура

15.4.1 Коническая колба вместимостью не менее 200 см^3 с притертой стеклянной пробкой.

15.4.2 Обратный холодильник (который можно использовать с жидкостями, имеющими высокую температуру кипения) с возможностью соединения с коническими колбами по 15.4.1.

15.5 Проведение испытаний

Испытания проводят согласно 1.7.2 и затем в коническую колбу по 15.4.1 с элементарной пробой добавляют ксилол по 15.3 из расчета 100 см^3 на 1 г пробы. Осуществляют соединение с холодильником по 15.4.2 и кипятят содержимое в течение 3 мин. Сливают горячую жидкость через взвешенный фильтровальный тигель. Повторяют такую обработку дважды, каждый раз используя новую порцию растворителя в количестве 50 см^3.

Оставшиеся в колбе волокна сначала промывают кипящим ксилолом (два раза), используя по 30 $см^3$ ксилола, а затем петролейным эфиром по 1.3.1 (два раза), используя по 75 $см^3$ эфира. После второй промывки петролейным эфиром остаток фильтруют через фильтровальный тигель, обеспечивают возможность выхода жидкости.

Высушивают тигель и остаток, охлаждают и взвешивают их.

Примечания

1 Предварительно нагреть фильтровальный тигель, через который будет фильтроваться ксилол.

2 После обработки кипящим ксилолом перед вводом петролейного эфира колбу с остатком следует охладить.

3 Можно использовать аппарат для экстракции в горячем состоянии посредством соответствующих операций, который обеспечивает идентичные результаты.

15.6 Обработка результатов

Вычисляют результаты согласно 1.8. Значение α равно 1,00.

15.7 Погрешность

Результаты анализа считают достоверными и воспроизводимыми, если доверительный интервал оценки доли компонента при доверительной вероятности $P = 95$ % не превышает 2 %.

16 Смеси поливинилхлоридных волокон (на основе гомополимера винилхлорида) и некоторых других волокон

16.1 Область применения

Этот метод применим к двухкомпонентным смесям поливинилхлоридных волокон на основе гомополимера винилхлорида (независимо от того, проводилось хлорирование или нет) с хлопковым, вискозным, медно-аммиачным, высокомодульным, ацетатным, триацетатным, полиамидным, полиэфирным, полиакрилонитрильными и модифицированными на основе акрилонитрила волокнами после удаления неволокнистого вещества. (Здесь модифицированные волокна на основе акрилонитрила — это волокна, которые после погружения в концентрированную серную кислоту (α = 1,84 $г/см^3$) дают прозрачный раствор).

Метод можно использовать, в частности, вместо методов, описанных в разделах 11 и 12, во всех случаях, где предварительный анализ показывает, что поливинилхлоридные волокна полностью не растворяются в диметилформамиде или азеотропной смеси сероуглерода и ацетона.

16.2 Сущность метода

Из известной сухой массы смеси удаляют составляющую, которая не является поливинилхлоридным волокном, для этого ее растворяют концентрированной серной кислотой (α = 1,84 $г/см^3$). Остаток, представляющий собой поливинилхлоридное волокно, собирают, промывают, сушат и взвешивают. Его массу с поправкой, если необходимо, вычисляют в процентах к сухой массе смеси. Массовую долю второй составляющей получают по разности.

16.3 Дополнительные реактивы

16.3.1 Серная кислота, концентрированная (α = 1,84 $г/см^3$).

16.3.2 Серная кислота, 50 %-ная (по массе).

16.3.3 Разбавленный раствор аммиака

Разбавляют 60 $см^3$ концентрированного раствора аммиака (α = 0,880 $г/см^3$) дистиллированной водой до получения 1 $дм^3$ раствора.

16.4 Дополнительная аппаратура

16.4.1 Коническая колба вместимостью не менее 200 $см^3$ с притертой стеклянной пробкой.

16.4.2 Стеклянная палочка с плоским концом.

16.5 Проведение испытаний

Проводят испытания согласно 1.7.2 и затем в колбу по 16.4.1 с элементарной пробой добавляют серную кислоту по 16.3.1 из расчета 100 $см^3$ на 1 г пробы. Выдерживают содержимое колбы при комнатной температуре 10 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой по 16.4.2. Сливают жидкость через взвешенный фильтровальный тигель. Наливают в колбу новую порцию серной кислоты в количестве 100 $см^3$ по 16.3.1 и повторяют предыдущую операцию. Выливают содержимое колбы в фильтровальный тигель и переносят в него волокнистый остаток, пользуясь стеклянной палочкой. В случае необходимости, в колбу наливают немного концентрированной серной кислоты по 16.3.1 для того, чтобы удалить волокна, прилипшие к стенкам колбы. После переноса содержимого колбы в тигель удаляют жидкость из тигля отсасыванием. Промывают остаток в тигле сначала

50 %-ным раствором серной кислоты по 16.3.2, затем дистиллированной или деионизированной водой по 1.3.2, далее раствором аммиака по 16.3.3 и снова дистиллированной или деионизированной водой до нейтральной реакции промывных вод (пробы на лакмус). После каждой операции промывки жидкость из тигля удаляют отсасыванием. Отсасывание не применяют до тех пор, пока промывная жидкость не стечет под действием силы тяжести.

Высушивают тигель и остаток, охлаждают и взвешивают их.

16.6 Обработка результатов

Вычисляют результаты согласно 1.8. Значение α равно 1,00.

16.7 Погрешность

Результаты анализа считают достоверными и воспроизводимыми, если доверительный интервал оценки доли компонента при доверительной вероятности $P = 95$ % не превышает 2 %.

17 Смеси натурального шелкового волокна и шерстяного волокна или волокна из волос животных

17.1 Область применения

Этот метод применим (после удаления неволокнистого вещества) к двухкомпонентным смесям натурального шелкового волокна с шерстяным волокном или волокном из волос животных.

17.2 Сущность метода

Из известной сухой массы смеси удаляют натуральное шелковое волокно, для этого его растворяют 75 %-ной (по массе) серной кислотой. Остаток собирают, промывают, сушат и взвешивают. Его массу с поправкой, если необходимо, вычисляют в процентах к сухой массе смеси. Массовую долю шелкового волокна определяют по разности.

Примечание — Натуральные шелковые волокна, например туссаха, в 75 %-ной (по массе) серной кислоте полностью не растворяются.

17.3 Дополнительные реактивы

17.3.1 Серная кислота, 75 %-ная (по массе)

Этот реактив приготавливают следующим образом: постепенно, добавляют 700 см^3 серной кислоты (α = 1,84 г/см^3) в 350 см^3 дистиллированной воды — разбавление осуществляют при охлаждении емкости с раствором на водяной бане, проявляя осторожность. После охлаждения этого раствора до комнатной температуры добавляют воду до получения 1 дм^3 раствора. Для серной кислоты 73—77 %-ной (по массе) концентрация решающего значения не имеет.

17.3.2 Разбавленный раствор серной кислоты

Медленно вливают 100 см^3 серной кислоты (α = 1,84 г/см^3) в 1900 см^3 дистиллированной воды.

17.3.3 Разбавленный раствор аммиака

Разбавляют 200 см^3 концентрированного раствора аммиака (α =0,880 г/см^3) водой до получения 1 дм^3 раствора.

17.4 Дополнительная аппаратура

Коническая колба вместимостью не менее 200 см^3 с притертой стеклянной пробкой.

17.5 Проведение испытаний

В коническую колбу по 17.4 с элементарной пробой добавляют серную кислоту по 17.3.1 из расчета 100 см^3 на 1 г пробы, закрывают колбу пробкой, интенсивно встряхивают (предпочтительно в механическом устройстве для встряхивания) и выдерживают 30 мин при комнатной температуре. Снова встряхивают и выдерживают 30 мин. Встряхивают последний раз и фильтруют содержимое колбы через взвешенный фильтровальный тигель. Оставшиеся волокна вымывают из колбы в тигель небольшим количеством серной кислоты по 14.3.1. Удаляют жидкость из тигля отсасыванием и промывают остаток сначала 50 см^3 разбавленного раствора серной кислоты по 17.3.2, затем водой по 1.3.2 и 50 см^3 разбавленного раствора аммиака по 17.3.3. Каждый раз перед отсосом обеспечивают пребывание волокон в жидкости в течение 10 мин. Наконец промывают водой по 1.3.1 и оставляют волокна в воде на 30 мин. Удаляют жидкость из тигля отсасыванием, высушивают тигель и остаток, охлаждают и взвешивают их.

17.6 Обработка результатов

Вычисляют результаты согласно 1.8. Значение α равно 0,985.

17.7 Погрешность

Результаты анализа считают достоверными и воспроизводимыми, если доверительный интервал оценки доли компонента при доверительной вероятности $P = 95$ % не превышает 2 %.

18 Смеси целлюлозных волокон и асбестового волокна

Примечание — Сущность этого метода отличается от общей сущности методов, основанных на избирательной растворимости.

18.1 Область применения

Этот метод применим к двухкомпонентным смесям хлопковых или гидратцеллюлозных волокон с волокнами кризолит-асбеста и крокидолит-асбеста. По соглашению между договаривающимися сторонами его можно применять и при наличии асбестового волокна других видов.

Примечание — При резке нити или ткани с асбестовым волокном необходимо предпринять соответствующие меры безопасности, исключающие возможность вдыхания асбестовой пыли.

18.2 Сущность метода

Из известной сухой массы смеси удаляют целлюлозные волокна, для этого смесь нагревают при температуре (450±10) °С в течение 1 ч. Остаток взвешивают, и его массу с поправкой вычисляют в процентах к сухой массе смеси. Массовую долю целлюлозного волокна определяют по разности.

Примечание — Предварительное удаление неволокнистого вещества необязательно.

18.3 Дополнительная аппаратура

Электрическая печь с автоматической регулировкой, обеспечивающая температуру (450±10) °С.

18.4 Отбор проб

Для проведения испытаний отбирают две элементарные пробы массой не менее 5 г каждая.

Примечание — Для анализа этой смеси предварительная обработка пробы для лабораторного анализа согласно 1.6.2 неприменима.

18.5 Проведение испытаний

18.5.1 Общие указания

Общие указания по 1.7.1.

18.5.2 Подробное описание проведения испытаний

Для проведения испытаний из каждой элементарной пробы отбирают навеску массой не менее 5 г. Точно определяют массу навески в стаканчике для взвешивания, переносят ее в открытый тигель, масса которого известна, и нагревают его в электрической печи с автоматической регулировкой при температуре (450±10) °С в течение 1 ч.

Охлаждают тигель и его содержимое до комнатной температуры в эксикаторе. Определяют массу тигля и остатка не позже чем через 2 мин после их извлечения из эксикатора.

18.6 Обработка результатов

Вычисляют результаты согласно 1.8. Значение α равно 1,02.

18.7 Погрешность

Результаты анализа считают достоверными и воспроизводимыми, если доверительный интервал оценки доли компонента при доверительной вероятности $P = 95$ % не превышает 2 %.

УДК 677-16:543.062:006.354 ОКС 59.060 М09 ОКСТУ 8209, 8309, 8409, 9009

Ключевые слова: текстильные материалы, волокна, химический анализ, определение массовой доли, смеси, поправочный коэффициент, проба

Редактор *Т.П. Шашина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 25.04.2000. Подписано в печать 21.06.2000. Усл.печ.л. 2,79. Уч.-изд.л. 2,35.
Тираж 256 экз. С 5410. Зак. 591.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru