МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 25617— 2014

ТКАНИ И ИЗДЕЛИЯ ЛЬНЯНЫЕ, ПОЛУЛЬНЯНЫЕ, ХЛОПЧАТОБУМАЖНЫЕ И СМЕШАННЫЕ

Методы химических испытаний

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

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—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН учреждением Санкт-Петербургского государственного университета технологии и дизайна «Центр сертификации продукции легкой промышленности» («Универс-Тест»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2014г. № 72-П)

За принятие стандарта голосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Украина	UA	Госпотребстандарт Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 декабря 2014г. № 2151-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 25617—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 01 января 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 25617—83

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2015

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 Отбор проб 3
4 Методы определения в тканях и изделиях, обработанных аппретами всех видов, присутствия соединений, экстрагируемых водой 3
5 Методы определения массовой доли соединений в тканях и изделиях с комбинированной отделкой 6
6 Методы определения массовой доли соединений в тканях и изделиях с биостойкой отделкой 11
7 Методы определения массовой доли окиси алюминия в тканях с водоотталкивающей отделкой 13
8 Метод определения массовой доли меди в веревочных и других изделиях с биостойкой отделкой 14
9 Методы определения массовой доли биоцидов в тканях и изделиях с биостойкой фунгицидной отделкой 15
10 Методы определения массовой доли нейтральных солей серной кислоты в пересчете на ион SO_3 в тканях и изделиях с отделкой 19
11 Метод определения массовой доли веществ, экстрагируемых бензолом или этиловым эфиром, в тканях и изделиях с отделкой и без отделки 20
12 Метод определения присутствия свободного хлора в отбеленных тканях и изделиях 21
13 Метод определения присутствия сернистого натрия в окрашенных нитках 22
14 Метод определения массовой доли аппрета на основе водорастворимых продуктов и крахмала в тканях и изделиях с отделкой 22
15 Определения массовой доли аппретов в тканях и изделиях с малосминаемой, малоусадочной, малосмываемой отделками и стойкими каландровыми эффектами на основе азотсодержащих смол методом кислотного гидролиза 23
16 Метод определения массовой доли аппрета (полиэтилена и поливинилацетата) в тканях и изделиях с малосмываемым аппретом 24
17 Метод определения степени мерсеризации ткани, пряжи и изделий хлопчатобумажных и хлопкополиэфирных 25
18 Метод определения количества свободного формальдегида в тканях и изделиях из них с отделками на основе формальдегидсодержащих смол 27
Приложение А (рекомендуемое) Приготовление 0,13 моль/дм^3 раствора гидроокиси бария 30
Приложение В (рекомендуемое) Проверка пробы с димедоном 30
Приложение С (рекомендуемое) Протокол испытаний 30
Библиография 31

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТКАНИ И ИЗДЕЛИЯ ЛЬНЯНЫЕ, ПОЛУЛЬНЯНЫЕ, ХЛОПЧАТОБУМАЖНЫЕ И СМЕШАННЫЕ

Методы химических испытаний

Linen, semilinen, cotton and mixed fabrics and pice-goods.Methods of chemical tests

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на льняные, полульняные, хлопчатобумажные, смешанные ткани и изделия (штучные изделия, пряжа, нитки, шпагат, шнуры, веревочные и другие крученые изделия), а также на текстильно-галантерейные изделия тканые, плетеные, вязаные, гардинно-тюлевые, кружевные и др. и устанавливает следующие методы химических испытаний:

- определение в тканях и изделиях, обработанных аппретами всех видов, присутствия соединений, экстрагируемых водой: свободных хромовых, алюминиевых и медных солей, свободных дубильных веществ, а также реакции водного экстракта;
- определение массовой доли меди, окиси хрома, окиси алюминия и двуокиси циркония в тканях и изделиях с комбинированной отделкой;
- определение массовой доли меди, окиси хрома в тканях и изделиях с биостойкой отделкой;
- определение массовой доли окиси алюминия в тканях с водоотталкивающей отделкой;
- определение массовой доли меди в веревочных и других изделиях с биостойкой отделкой;
- определение массовой доли салициланилида, оксидифенила (ортофенилфенола), 8-оксихинолината меди в тканях и изделиях с биостойкой фунгицидной отделкой;
- определение массовой доли нейтральных солей серной кислоты в тканях и изделиях с отделкой;
- определение массовой доли веществ, экстрагируемых бензолом или этиловым эфиром в тканях и изделиях с отделкой и без отделки;
- определение присутствия свободного хлора в отбеленных тканях и изделиях;
- определение присутствия сернистого натрия в окрашенных нитках;
- определение массовой доли аппрета на основе водорастворимых продуктов крахмала в тканях и изделиях с отделкой;
- определение массовой доли аппретов в тканях и изделиях с малосминаемой, малоусадочной и другими видами отделок на основе азотсодержащих смол;
- определение массовой доли аппрета (полиэтилена и поливинилацетата) в тканях и изделиях с малосмываемым аппретом;
- определение степени мерсеризации ткани и изделий хлопчатобумажных и хлопкополиэфирных до их аппретирования;
- определение количества свободного формальдегида в тканях и изделиях из них с отделками на основе формальдегидсодержащих смол.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.520–84 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы лабораторные образцовые и общего назначения. Методика поверки

ГОСТ 61–75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 195–77 Реактивы. Натрий сернистокислый. Технические условия

ГОСТ 199–78 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 307.1–95 Электроутюги бытовые. Технические условия

ГОСТ 307.2–95 Электроутюги бытового и аналогичного назначения. Методы измерения рабочих характеристик

Издание официальное

ГОСТ 427–75 Линейки измерительные металлические. Технические условия

ГОСТ 1027–67 Реактивы. Свинец (II) уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 1277–75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1625–89 Формалин технический. Технические условия

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

ГОСТ 1868–88 Веревки технические и хозяйственные. Технические условия

ГОСТ 3117–78 Реактивы. Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3159-76 Реактивы. Кальций уксуснокислый 1-водный. Технические условия

ГОСТ 3758–75 Реактивы. Алюминий сернокислый 18-водный. Технические условия

ГОСТ 3760–79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3772–74 Реактивы. Аммоний фосфорнокислый двузамещенный. Технические условия

ГОСТ 3773–72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 3816–81 Полотна текстильные. Методы определения гигроскопических и водоотталкивающих свойств

ГОСТ 4107–78 Реактивы. Бария гидроокись 8-водная. Технические условия

ГОСТ 4108–72 Реактивы. Барий хлорид 2-водный. Технические условия

ГОСТ 4159–79 Реактивы. Йод. Технические условия

ГОСТ 4160–74 Реактивы. Калий бромистый. Технические условия

ГОСТ 4165–78 Реактивы. Медь II сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4207–75 Реактивы. Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 4232–74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4328–77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4457–74 Реактивы. Калий бромновато-кислый. Технические условия

ГОСТ 4461–77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4523–77 Магний сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 4919.1–77 Реактивы. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5817–77 Реактивы. Кислота винная. Технические условия

ГОСТ 5955–75 Реактивы. Бензол. Технические условия

ГОСТ 6309–87 Нитки хлопчатобумажные швейные. Технические условия

ГОСТ 6611.0-73 Нити текстильные. Правила приемки

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8402–89 Нитки хлопчатобумажные вышивальные, вязальные и штопальные. Общие технические условия

ГОСТ 8981–78 Эфиры этиловый и нормальный бутиловый уксусной кислоты технические. Технические условия

ГОСТ 9147–80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9337–79 Реактивы. Натрий фосфорно-кислый 12-водный. Технические условия

ГОСТ 9546–75 Реактивы. Аммоний фтористый кислый. Технические условия

ГОСТ 10163–76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 10259–78 Реактивы. Ацетилацетон. Технические условия

ГОСТ 10652–73 Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'- тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 10681–75 Материалы текстильные. Климатические условия для кондиционирования и испытания проб и методы их определения

ГОСТ 10929–76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 11827–77 Диазоль алый К и диазоль розовый О. Технические условия

ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14193–78 Монохлорамин ХБ технический. Технические условия

ГОСТ 14919–83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 14961–91 Нитки льняные и льняные с химическими волокнами. Технические условия

ГОСТ 15160–69 Ткани и изделия хлопчатобумажные технические с биоцидами для районов с тропическим климатом. Технические условия

ГОСТ 16218.0–93 Изделия текстильно-галантерейные. Правила приемки и метод отбора проб для испытания

ГОСТ 17308–88 Шпагаты. Технические условия

ГОСТ 18300–87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 18481–81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия
ГОСТ 20288–74 Реактивы. Углерод четыреххлористый. Технические условия
ГОСТ 20566–75 Ткани и штучные изделия текстильные. Правила приемки и метод отбора проб
ГОСТ 22867–77 Реактивы. Аммоний азотнокислый. Технические условия
ГОСТ 23932–90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия
ГОСТ 24104–2001 Весы лабораторные. Общие технические требования
ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 28498–90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Отбор проб

3.1. Для проведения испытаний отбирают точечные пробы:
- для тканей – по ГОСТ 20566 со следующим дополнением: точечной пробой служит отрезок ткани во всю ширину и длиной 40 см для легких тканей и 20 см для тяжелых тканей;
- для веревочных изделий – по ГОСТ 1868;
- для пряжи – по ГОСТ 6611.0;
- для ниток и льняных шнуров – по ГОСТ 14961;
- для шпагата и других крученых изделий – по ГОСТ 17308;
- для хлопчатобумажных ниток – по ГОСТ 6309 и ГОСТ 8402;
- для лентотканых и плетеных изделий – по ГОСТ 16218.0 со следующим дополнением: от каждой отобранной единицы продукции отбирают по две точечные пробы массой 20 г каждая;
- для изделий вязаных, гардинно-тюлевых, кружевных, из гипюра и др. отбирают от каждой отобранной единицы продукции по две точечные пробы массой 5 г каждая.

Отобранные пробы должны быть выдержаны в развернутом виде в климатических условиях по ГОСТ 10681 не менее 24 ч.

3.2. Влажность тканей и изделий определяют по ГОСТ 3816.

4 Методы определения в тканях и изделиях, обработанных аппретами всех видов, присутствия соединений, экстрагируемых водой

4.1 Определение присутствия свободных хромовых солей

4.1.1 Метод отбора проб

От проб, отобранных по 3.1, берут две элементарные пробы для тяжелых тканей, шпагата и веревки массой 10 г, а для легких тканей, ниток, тесьмы и сетей – массой 5 г. Пробы должны быть предварительно мелко нарезаны и взвешены с погрешностью не более 0,01 г.

4.1.2 Аппаратура, реактивы, растворы

Колба коническая вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.
Пробирки вместимостью 25–30 $см^3$ по ГОСТ 25336.
Капельница стеклянная по ГОСТ 25336.
Цилиндры вместимостью 10, 200 $см^3$ по ГОСТ 1770.
Весы лабораторные равноплечие 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.
Термометр по ГОСТ 28498.
Секундомер.
Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.
Кислота уксусная по ГОСТ 61, х.ч., 10%-ный раствор.
Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027, х.ч., 10%-ный раствор.
Кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч.
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч., 10%-ный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.1.3 Подготовка к испытанию

Отобранную элементарную пробу помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, заливают 150 $см^3$ дистиллированной воды и экстрагируют при температуре

20–25 °С в течение 1 ч при частом перемешивании. Полученный водный раствор отфильтровывают через бумажный или стеклянный фильтр. Подготовленный водный экстракт используют для определения в тканях и изделиях присутствия свободных солей хрома, алюминия и меди.

4.1.4 Проведение испытания

В пробирку вместимостью 25–30 $см^3$ наливают 5 $см^3$ водного экстракта, полученного, как указано в 4.1.3, добавляют 1 $см^3$ уксусной кислоты и 2–3 капли 10%-ного раствора уксуснокислого свинца. При наличии в испытуемом растворе хромовых солей появляется муть или осадок желтого цвета, растворимый в азотной кислоте и в 10 %-ном растворе гидроокиси натрия.

За результат испытания принимают присутствие или отсутствие солей хрома. При расхождении результатов испытания на двух элементарных пробах анализ должен быть повторен на вновь отобранных пробах. За окончательный результат испытания принимают наихудший результат повторных испытаний.

4.2 Определение присутствия свободных алюминиевых солей

4.2.1 Отбор элементарных проб – по 4.1.1

4.2.2 Аппаратура, реактивы, растворы

Колбы конические вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Стаканы химические вместимостью 25-30 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Цилиндры вместимостью 10 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Капельницы по ГОСТ 25336.

Термометр по ГОСТ 28498.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, 10%-ный раствор, ч.д.а.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, 10%-ный раствор, ч.д.а.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч., 15%-ный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.2.3. Проведение испытания

В химический стакан вместимостью 25–30 $см^3$ наливают 10 $см^3$ водного экстракта, полученного, как указано в 4.1.3, добавляют 2 $см^3$ 10 %-ного раствора хлористого аммония, нагревают на электрической плитке до 70–80 °С, затем прибавляют 2–3 капли раствора аммиака. При наличии в испытуемом растворе алюминиевых солей образуется хлопьевидный осадок гидрата окиси алюминия, растворимый в 15 %-ном растворе гидроокиси натрия.

За результат испытания принимают присутствие или отсутствие в растворе солей алюминия. При расхождении результата испытания на двух элементарных пробах анализ должен быть повторен на вновь отобранных пробах. За окончательный результат испытания принимают наихудший результат повторных испытаний.

4.3 Определение присутствия свободных медных солей

4.3.1 Отбор элементарных проб - по 4.1.1

4.3.2 Аппаратура, реактивы, растворы

Колба коническая вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Пробирки вместимостью 25-30 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Цилиндр вместимостью 10 $см^3$ по ГОСТ 1770.

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

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207, х.ч., 10 %-ный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.3.3 Проведение испытания

В пробирку вместимостью 25–30 $см^3$ наливают 5 $см^3$ водного экстракта, полученного, как указано в 4.1.3, добавляют 2–3 капли уксусной кислоты и 2–3 капли 10 %-ного раствора железистосинеродистого калия.

При наличии в испытуемом растворе медных солей появляется розовое окрашивание.

За результат испытания принимают присутствие или отсутствие медных солей. При расхождении результата испытания на двух элементарных пробах анализ должен быть повторен на вновь отобранных пробах. За окончательный результат испытания принимают наихудший результат повторных

испытаний.

4.4 Определение присутствия свободных дубильных веществ

4.4.1 Отбор проб – по 4.1.1

4.4.2 Аппаратура, реактивы, растворы

Колба коническая вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Пробирки вместимостью 25–30 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Квасцы железоаммонийные, 10 %-ный раствор, ч.д.а. [1]

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.4.3 Подготовка к испытанию

Отобранную пробу помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, заливают 150 $см^3$ дистиллированной воды и экстрагируют при температуре 100 °С в течение 30 мин при частом перемешивании. В процессе кипячения пробы в воде необходимо поддерживать первоначальный объем добавлением горячей (80 °С) дистиллированной воды до первоначального объема. Полученный водный экстракт перед испытанием фильтруют через бумажный фильтр.

Подготовленный водный экстракт используют для определения в тканях и изделиях присутствия свободных дубильных веществ и реакции водного экстракта.

4.4.4 Проведение испытания

В пробирку вместимостью 25–30 $см^3$ наливают 5 $см^3$ водного экстракта, полученного, как указано в 4.4.3, и 2–3 капли 10 %-ного раствора железоаммонийных квасцов.

При добавлении железоаммонийных квасцов потемнение экстракта, полученного из тканей и изделий с комбинированной отделкой, не должно быть более интенсивным, чем потемнение водного экстракта, полученного из непропитанной суровой и окрашенной ткани или изделия в тех же условиях.

За результат испытания принимают присутствие или отсутствие свободных дубильных веществ. При расхождении результата испытания на двух элементарных пробах анализ должен быть повторен на вновь отобранных пробах. За окончательный результат испытания принимают наихудший результат повторных испытаний.

4.5 Определение реакции водного экстракта

4.5.1 Отбор проб – по 4.1.1

4.5.2 Аппаратура, реактивы, растворы

Колба коническая вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Пробирки вместимостью 25–30 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Капельницы лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336.

pH-метр лабораторный по нормативной или технической документации.

Бумага индикаторная универсальная [2].

Фенолфталеин 1%-ный спиртовой раствор [3].

Метиловый оранжевый, 0,02%-ный раствор [4].

Спирт этиловый ректификат [5].

4.5.3 Проведение испытания

В пробирку вместимостью 25–30 $см^3$ наливают 10 $см^3$ водного экстракта, полученного, как указано в 4.4.3, добавляют 1–2 капли раствора фенолфталеина. При pH>7 (щелочная реакция) водного экстракта появляется розовое окрашивание. Если от добавления фенолфталеина раствор не приобретает розовой окраски, то прибавляют 1–2 капли раствора метилового оранжевого. При pH<7 (кислая реакция) испытуемого раствора последний окрашивается в розовый цвет.

Допускается также проверять реакцию раствора водного экстракта на индикаторной бумаге или pH-метре. При нейтральной реакции цвет бумаги не меняется или pH раствора равно 7.

За окончательный результат испытания принимают реакцию водного экстракта (щелочную, кислую или нейтральную).

5 Методы определения массовой доли соединений в тканях и изделиях с комбинированной отделкой

5.1 Определение массовой доли меди

5.1.1 Метод отбора проб

От проб, отобранных согласно 3.1, берут две элементарные пробы массой по 2–5 г каждая. Проба должна быть предварительно мелко нарезана и взвешена с погрешностью не более 0,0002 г.

5.1.2 Аппаратура, реактивы, растворы

Тигли фарфоровые N 4 по ГОСТ 9147.

Колбы конические вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Колбы плоскодонные (для промывания) по ГОСТ 25336.

Колбы мерные вместимостью 100 $см^3$по ГОСТ 1770.

Стаканы химические вместимостью 500 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Термометр по ГОСТ 28498.

Воронки химические по ГОСТ 25336.

Пипетки по нормативной или технической документации.

Цилиндры стеклянные по ГОСТ 1770.

Капельницы лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Печь муфельная ПМ-8 по нормативной или технической документации.

Шкаф сушильный, обеспечивающий заданные температурные параметры.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Ареометр по ГОСТ 18481.

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

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Бумага фильтровальная, окрашенная конго красным, по нормативной или технической документации.

Водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,830-1,835 г/ $см^3$, х.ч., 10 %-ный раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч., 4 н. раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, растворы 1:3 и 1:1, х.ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.д.а.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч., 10 %-ный раствор.

Натрий серноватистокислый, 0,02 и 0,1 н. растворы, ч.д.а. [6]

8-оксихинолин, ч.д.а., 3 %-ный раствор; готовят следующим образом: 3 г 8-оксихинолина растворяют при нагревании в 30 $см^3$ ледяной уксусной кислоты, разбавляют теплой водой до объема 100 $см^3$ и затем прибавляют аммиак по каплям до начала слабого помутнения, после чего раствор снова осветляют прибавлением уксусной кислоты и отфильтровывают.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х.ч.

Кислота винная (виннокаменная кислота) по ГОСТ 5817, х.ч.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, ч.д.а.

Калий бромистый (бромид калия) по ГОСТ 4160, ч.д.а., 0,1 н. раствор.

Калий бромноватокислый (бромат калия) по ГОСТ 4457, ч.д.а., 0,1 н. раствор.

Для приготовления бромид-бромата берут 2,783 г бромноватокислого калия и 11,9 г бромистого калия, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1000 $см^3$.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, 1 %-ный раствор.

Фенолфталеин, 1 %-ный спиртовой раствор [3].

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, 0,5 %-ный раствор.

Аммоний роданистый по нормативной или технической документации, ч.д.а.

Аммоний фтористый кислый по ГОСТ 9546, ч.д.а.

Спирт этиловый синтетический технический [7].

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

5.1.3 Подготовка к испытанию

Отобранную пробу сжигают в тигле или фарфоровой чашке до полного озоления в муфельной печи. Золу осторожно переносят в коническую колбу или стакан вместимостью 100 $см^3$ и обрабатывают раствором перекиси водорода в количестве 11–14 $см^3$. Золу, смоченную перекисью водорода,

начинают осторожно обрабатывать 9–12 см^3 серной кислоты (плотностью 1,830–1,835 г/ см^3) до появления экзотермической реакции. После прекращения бурной реакции добавляют остаток серной кислоты и растворяют золу при нагревании на электрической плитке до тех пор, пока раствор не станет прозрачным. Далее раствор охлаждают до (20 ± 2) °С и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, тщательно ополаскивая стакан дистиллированной водой.

В полученном растворе находятся соли меди, трехвалентного хрома, алюминия и железа (железо как примесь, присутствующая в химических материалах, тканях и изделиях).

Подготовленный раствор используют для определения количественного содержания меди, окиси хрома и окиси алюминия в тканях и изделиях с комбинированной отделкой.

5.1.4 Проведение испытания

В коническую колбу наливают 40 см^3 приготовленного по 5.1.3 раствора, нейтрализуют его 4 н. раствором едкого натра до щелочной реакции (по «конго» красному) и добавляют избыток гидроокиси натрия 2,5 см^3, затем прибавляют 5 см^3 раствора перекиси водорода и кипятят на электрической плитке в течение 30 мин. Испарившийся раствор во время кипячения доливают горячей (80 °С) дистиллированной водой до первоначального объема. Образовавшиеся осадки гидроокиси меди и железа переносят на фильтр и промывают горячей (80 °С) дистиллированной водой.

Фильтрат и промывные воды идут на определение количественного содержания окиси хрома.

Осадок на фильтре растворяют горячим (60 ± 2) °С раствором соляной кислоты (1:3).

Фильтр после растворения в нем окисей железа и меди промывают дистиллированной водой до исчезновения реакции на хлор (проба с раствором азотнокислого серебра). Отфильтрованный раствор вместе с промывными водами выпаривают до 100–150 см^3, а затем при кипячении нейтрализуют аммиаком, в результате чего появляется ярко-голубая окраска медноаммиачного комплекса. Раствор отфильтровывают, а остаток гидроокиси железа промывают горячей (80 °С) дистиллированной водой. Полученный раствор с промывными водами выпаривают до объема 100 см^3, охлаждают, подкисляют несколькими каплями концентрированной серной кислоты до кислой реакции по «конго» красному, прибавляют 3 г йодистого калия (сухого), ставят в темное место и через 5 мин выделившийся йод оттитровывают 0,02 н. раствором серноватистокислого натрия, прибавляя в конце титрования в качестве индикатора раствор крахмала.

Допускается также после появления ярко-голубой окраски медноаммиачного комплекса прибавить к раствору 2 г фтористого кислого аммония, 3 г йодистого калия (сухого); раствор ставят в темное место и через 5 мин выделившийся йод оттитровывают 0,02 н. раствором серноватистокислого натрия, прибавляют в конце титрования раствор крахмала и 1–2 г роданистого аммония. В оттитрованном растворе не должна появляться синяя окраска ранее чем через 10 мин. Появление синей окраски ранее указанного времени означает, что в растворе было слишком много аммиака или слишком мало фтористого кислого аммония.

5.1.5. Обработка результатов

Массовую долю меди (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}00127 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 40}, \qquad (1)$$

где V – объем точно 0,02 н. раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование, см^3;

0,00127 – количество меди, соответствующее 1 см^3 точно 0,02 н. раствора серноватистокислого натрия, г;

100 – объем испытуемого раствора, см^3;

m – постоянно сухая масса пробы, г;

40 – объем раствора, взятый для анализа, см^3.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух определений, вычисленное с погрешностью не более 0,01 % и округленное до 0,1 %.

5.2 Определение массовой доли окиси хрома

5.2.1 Отбор проб – по 5.1.1

5.2.2 Применяемые аппаратура, реактивы, растворы – по 5.1.2

5.2.3 Подготовка к испытанию – по 5.1.3

5.2.4 Проведение испытания

Щелочной фильтрат, полученный после отделения меди и железа (см. 5.1.4), содержит соли хрома и алюминия. Данный раствор вместе с промывными водами выпаривают до объема 100 см^3, охлаждают и подкисляют концентрированной серной кислотой до кислой реакции (по конго красному),

добавляют 10 см^3 10 %-ного раствора серной кислоты и 10 см^3 10 %-ного раствора йодистого калия, ставят в темное место и через 10 мин оттитровывают 0,02 н. раствором серноватистокислого натрия с прибавлением к концу титрования в качестве индикатора раствора крахмала.

5.2.5 Обработка результатов

Массовую долю окиси хрома (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0{,}000506 \cdot 100 \cdot 100}{m_1 \cdot 40}, \quad (2)$$

где V_1 – объем точно 0,02 н. раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование, см^3;

0,000506 – количество окиси хрома (Cr_2O_3), соответствующее 1 см^3 точно 0,02 н. раствора серноватистокислого натрия, г;

m_1 – постоянно сухая масса пробы, г;

40 – объем раствора, взятый для анализа, см^3.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух определений, вычисленное с погрешностью не более 0,01% и округленное до 0,1%.

5.3 Определение массовой доли окиси алюминия с применением 8-оксихинолина

5.3.1 Отбор проб – по 5.1.1

5.3.2 Применяемые аппаратура, реактивы, растворы – по 5.1.2

5.3.3 Проведение испытания

В коническую колбу наливают 40 см^3 раствора, приготовленного по 5.1.3, упаривают его до 20 см^3, нейтрализуют 4 н. раствором едкого натра (по «конго» красному), добавляют избыток едкого натра 4 см^3 и нагревают до кипения. Образовавшийся осадок отфильтровывают и промывают горячей дистиллированной водой до исчезновения щелочной реакции по фенолфталеину. Фильтрат вместе с промывными водами выпаривают до 100 см^3, охлаждают и подкисляют соляной кислотой (1:1) до слабокислой реакции по конго красному, добавляют 2 г винной кислоты и 1 г хлористого аммония.

Раствор, нагретый до (45 ± 2) °С, нейтрализуют 20–25 %-ным раствором аммиака (по «конго» красному), нагревают до 70 °С и при перемешивании приливают 3–5 см^3 3 %-ного раствора 8-оксихинолина в уксусной кислоте. Если осадок не образуется, прибавляют аммиак до появления осадка и сверх того несколько капель аммиака, продолжая нагревать (не доводя до кипения) еще 5 мин. Полученный осадок 8-оксихинолината алюминия охлаждают 45 мин, отфильтровывают и промывают сначала 30 см^3 горячей воды, а затем холодной дистиллированной водой. Вторая промывная вода не должна окрашиваться свободной солью 8-оксихинолина в желтый цвет. Если окрашивание произошло, то осадок промывают холодной дистиллированной водой до исчезновения кислоты 1:3, а фильтр промывают горячей водой до объема 100 см^3. Раствор охлаждают, вливают 20–25 см^3 0,1 н. раствора бромид-бромата, дают постоять 2 мин, прибавляют 10 см^3 10 %-ного раствора йодистого калия и оттитровывают 0,1 н. раствором серноватистокислого натрия (титр 0,1 н. раствора бромид-бромата устанавливают по 0,1 н. раствору серноватистокислого натрия). После добавления к анализируемому раствору йодистого калия выпадает шоколадно-коричневый осадок, который быстро исчезает при титровании (если добавка 25 см^3 раствора бромид-бромата окажется недостаточной, на что указывает отсутствие осадка шоколадно-коричневого цвета после добавления йодистого калия, то дополнительно в эту пробу приливать раствор бромид-бромата нельзя, так как после прибавления йодистого калия прекращается реакция выделения свободного 8-оксихинолина.

В этом случае в параллельную пробу необходимо добавить 30–35 см^3 раствора бромид-бромата и проводить испытание).

В конце титрования, когда буро-красный цвет титруемой жидкости становится желтым, приливают 1–2 см^3 раствора крахмала и титрование производят до исчезновения синего окрашивания.

Примечание – Полученный осадок 8-оксихинолината алюминия не допускается оставлять на воздухе, его необходимо сразу же растворить в соляной кислоте.

5.3.4 Обработка результатов

Массовую долю окиси алюминия (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V_3 - V_2) 0{,}000425 \cdot 100 \cdot 100}{m_2 \cdot 40}, \quad (3)$$

где V_3 – объем точно 0,1 н. раствора бромид-бромата, см^3;

V_2 – объем точно 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия, см^3;

0,000425 – количество окиси алюминия (Al_2O_3), соответствующее 1 см^3 точно 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия, г;

m_2 – постоянно сухая масса пробы, г;

40 – объем раствора, взятый для анализа, см^3.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух определений, вычисленное с погрешностью не более 0,01 % и округленное до 0,1 %.

5.4 Определение массовой доли окиси алюминия с применением трилона Б

5.4.1 Отбор проб – по 5.1.1

5.4.2 Аппаратура, реактивы, растворы

Колбы конические вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336.

Стаканы химические стеклянные вместимостью 350–500 см^3 по ГОСТ 25336.

Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см^3 по ГОСТ 1770.

Воронки стеклянные химические диаметром 70 мм по ГОСТ 25336.

Пипетки Мора на 10, 15, 25 см^3 по нормативной или технической документации.

Бюретки на 50 см^3 по нормативной или технической документации.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

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

Бумага фильтровальная, окрашенная конго красным, по нормативной или технической документации.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Перекись водорода (пергидроль) по ГОСТ 10929, ч.д.а.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч., 4 н. раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,830-1,835 г/ см^3, х.ч.

Аммиак водный по 3760, ч.д.а.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, х.ч. или аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, х.ч., 2 %-ный раствор одной из солей, ч.д.а.

Гликоль по нормативной или технической документации, ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:3, х.ч.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, х.ч., 40 %-ный раствор.

Магний сернокислый по ГОСТ 4523, 0,02М раствор, ч.д.а.; готовят следующим образом: навеску сернокислого магния ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$) массой 4,9300 г взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г и растворяют в 1000 см^3 дистиллированной воды в мерной колбе.

Трилон Б по ГОСТ 10652, х.ч., 0,02М раствор; готовят следующим образом: навеску трилона Б массой 7,44 г взвешивают на технических весах и растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды.

Определение поправки 0,02М раствора трилона Б.

Поправку 0,02М раствора трилона Б определяют по точному раствору сернокислого магния. Для этого в колбу для титрования вносят пипеткой 10 см^3 0,02М раствора сернокислого магния, добавляют 90 см^3 дистиллированной воды, 5 см^3 аммиачного буферного раствора, несколько капель раствора индикатора эриохром черного Т, или хром темно-синего, или хромоген черного ЕТ-00 и медленно титруют испытуемым раствором трилона Б при интенсивном перемешивании до изменения окраски от розовой до сине-фиолетовой.

Поправку ($K_{тр}$) вычисляют по формуле

$$K_{тр} = \frac{10}{V_{тр}}, \quad (4)$$

где $V_{тр}$ – объем раствора трилона Б, израсходованный для титрования 10 см^3 0,02М раствора сульфата магния, см^3.

Для приготовления аммиачного буферного раствора 20 г хлористого аммония растворяют в мерной колбе в 300–500 см^3 дистиллированной воды, прибавляют 100 см^3 25 %-ного раствора аммиака и доводят объем до 1000 см^{3}дистиллированной водой.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х.ч., 2М раствор.

Алюминий сернокислый по ГОСТ 3758, х.ч., стандартный 0,02 н. раствор по трилону Б (т.е. 0,01М); готовят следующим образом: взвешивают 6,66 г сернокислого алюминия ($Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$) и растворяют его в 1000 см^3 дистиллированной воды.

Метиловый красный, х.ч., 0,5%-ный спиртовой раствор [8].

Гематоксилин, х.ч., 0,5%-ный спиртовой раствор; готовят следующим образом: 0,5 г гематоксилина растворяют при умеренном нагревании в 20 см^3 0,05 н. раствора соляной кислоты, нейтрализуют полученный раствор 0,1 н. раствором едкого натра до изменения желтой окраски на винно-красную и доводят объем до 100 см^3 этиловым спиртом.

Спирт этиловый синтетический технический [7].

Эриохром черный Т или хром темно-синий, или хромоген черный ЕТ-00, 0,5 %-ный раствор; готовят следующим образом: 0,5 г индикатора растворяют в 20 см^3 аммиачного буферного раствора и доводят объем до 100 см^3 этиловым спиртом.

5.4.3 Проведение испытания

В колбу или стакан наливают 40 см^3 раствора, полученного, как указано в 5.1.3, нейтрализуют его 4 н. раствором гидроокиси натрия по бумаге «конго» и прибавляют еще 2,5 см^3 4 н. раствора гидроокиси натрия, затем добавляют 5 см^3 перекиси водорода и кипятят раствор в течение 30 мин, доливая его горячей дистиллированной водой взамен испаряющейся при кипении влаги. По истечении 30 мин кипячения раствор охлаждают, затем осторожно нейтрализуют концентрированной серной кислотой до слабокислой реакции по бумаге «конго» (появление синеватого окрашивания) и вносят в полученный раствор 5 г сухого хлористого или азотнокислого аммония, 1,5 г гликоля и несколько капель раствора индикатора метилового красного.

Полученный раствор нагревают до кипения и горячий раствор нейтрализуют аммиаком до появления зеленой окраски, затем кипятят не более 1–2 мин, при этом выпадает осадок гидрата окиси алюминия. Выпавший осадок гидрата окиси алюминия отфильтровывают, промывают горячим 2%-ным раствором хлористого или азотнокислого аммония и затем обрабатывают для растворения раствором соляной кислоты, хорошо промывают фильтр, собирают фильтрат и промывные воды, охлаждают и затем прибавляют пипеткой 25 см^3 раствора трилона Б, несколько капель индикатора метилового красного и нейтрализуют по каплям раствором аммиака до перехода окраски раствора из красной в желтую. Затем прибавляют 2 см^3 уксусной кислоты, 10 см^3 раствора уксуснокислого аммония и 3–5 капель раствора гематоксилина, раствор нагревают до кипения, при этом окраска раствора переходит из красной в желтую. Затем прибавляют 2 см^3 уксусной кислоты, 10 см^3 раствора уксуснокислого аммония и 3–5 капель раствора гематоксилина, раствор нагревают до кипения, при этом окраска раствора переходит из светло-желтой в оранжево-желтую (изменение окраски до фиолетовой означает, что взято недостаточное количество раствора трилона Б; в этом случае необходимо добавить пипеткой еще 10 см^3 раствора трилона Б).

Горячий раствор титруют стандартным раствором сульфата алюминия до перехода окраски в красно-фиолетовую; при титровании температура в колбе с испытуемым раствором не должна быть ниже 70 °С.

Параллельно проводят контрольный анализ, т.е. в колбу для титрования вносят 25 см^3 раствора трилона Б, прибавляют несколько капель раствора гематоксилина и несколько капель 40 %-ного раствора уксуснокислого аммония.

Стандартный раствор сульфата алюминия устанавливают в бюретке на нулевом делении и прибавляют его в колбу с контрольным раствором до появления устойчивой розово-красной окраски (для этого требуется менее 1 см^3 раствора). Затем в эту же колбу с раствором добавляют 10 см^3 раствора уксуснокислого аммония и 2 см^3 раствора уксусной кислоты до создания pH=6. Колбу с раствором нагревают до кипения и продолжают титрование стандартным раствором сульфата алюминия до появления фиолетовой окраски. Температура в колбе при титровании не должна быть ниже 70 °С.

5.4.4 Обработка результатов

Массовую долю окиси алюминия (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{V_{тр}\left(1-\frac{V_4}{V_5}\right)\cdot 0{,}001019\cdot 100\cdot 100}{m_3\ 40}, \qquad (5)$$

где $V_{тр}$ – объем точно 0,02М раствора трилона Б, взятый для титрования, см^3;

V_4 – объем 0,02 н. стандартного раствора сульфата алюминия, израсходованный на титрование испытуемого раствора, см^3;

V_5 – объем 0,02 н. стандартного раствора сульфата алюминия, израсходованный на титрование раствора трилона Б контрольного анализа, см^3

0,001019 – количество окиси алюминия, соответствующее 1 см^3 0,02М раствора трилона Б, г;

m_3 – постоянно сухая масса пробы, г;

40 – объем раствора, взятый для анализа, см^3.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух определений, вычисленное с погрешностью не более 0,01 % и округленное до 0,1 %.

5.5 Определение массовой доли двуокиси циркония весовым методом

5.5.1 Отбор проб – по 5.1.1

5.5.2 Аппаратура, реактивы, растворы

Тигли фарфоровые N 4 по ГОСТ 9147.

Колбы конические вместимостью 100–150 см^3 по ГОСТ 25336.

Стаканы химические вместимостью 150 см^3 по ГОСТ 25336.

Воронки химические по ГОСТ 25336.

Цилиндры вместимостью 25 см^3 по ГОСТ 1770.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Печь муфельная типа ПМ-8, обеспечивающая температуру 800 °С, по нормативно-технической документации.

Шкаф сушильный, обеспечивающий заданные температурные параметры.

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

Ареометр по ГОСТ 18481.

Фильтры бумажные, беззольные по нормативной или технической документации.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч., плотностью 1,4 г/ см^3.

Аммоний фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 3772., х.ч.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, х.ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч.

5.5.3 Проведение испытания

Отобранную пробу массой 2 г помещают в стакан или колбу вместимостью 100–150 см^3, прибавляют 15 см^3 концентрированной азотной кислоты и 8 см^3 концентрированной серной кислоты для мокрого сжигания пробы (сжигание производят под тягой).

Сначала реакцию ведут при температуре (20 ± 2) °С, затем колбу нагревают на плитке. Процесс мокрого сжигания сопровождается выделением бурых паров окиси азота. Сжигание продолжают до получения нетемнеющего светло-желтого раствора, прекращения выделения бурых паров и появления белого дыма. Полученный нетемнеющий раствор охлаждают, разбавляют водой до 50 см^3 и отфильтровывают от примесей через бумажный фильтр; фильтр промывают дистиллированной водой. К фильтрату вместе с промывными водами (общий объем около 100 см^3) прибавляют 15 см^3 10 %-ного раствора двузамещенного фосфорнокислого аммония, 2 см^3 концентрированной серной кислоты и нагревают 2 ч на водяной бане при температуре 40–50 °С.

Полученный осадок фосфата циркония отфильтровывают и промывают на беззольном фильтре 5 %-ным раствором азотнокислого аммония в количестве не менее 250 см^3. Промытый осадок подсушивают на воронке с фильтром в сушильном шкафу при температуре (80 ± 2) °С, затем фильтр с осадком помещают в доведенный до постоянно сухой массы тигель, обжигают 10–15 мин на плитке и прокаливают в муфеле при температуре 800 °С до постоянно сухой массы.

5.5.4 Обработка результатов

Массовую долю двуокиси циркония ZrO_2 на ткани (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m_4 \cdot 0{,}4647 \cdot 100}{m_5}, \qquad (6)$$

где m_4 – масса фосфата циркония, г;

m_5 – постоянно сухая масса пробы, г;

0,4647 – коэффициент пересчета с фосфата циркония на двуокись циркония (ZrO_2).

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух определений, вычисленное с погрешностью не более 0,01 % и округленное до 0,1 %.

6 Методы определения массовой доли соединений в тканях и изделиях с биостойкой отделкой

6.1 Определение массовой доли меди

6.1.1 Отбор проб – по 5.1.1

6.1.2 Применяемые аппаратура, реактивы и растворы – по 5.1.2

6.1.3 Подготовка к испытанию – по 5.1.3

6.1.4 Проведение испытания – по 5.1.4

6.1.5 Обработка результатов – по 5.1.5

6.2 Определение массовой доли меди методом электролиза

6.2.1 Метод отбора проб

От проб, отобранных по 3.1, берут две элементарные пробы массой 2–2,5 г каждая. Проба должна быть предварительно мелко нарезана и взвешена с погрешностью не более 0,0002 г.

6.2.2 Аппаратура и реактивы

Стаканы химические вместимостью 150 см^3 по ГОСТ 25336.

Цилиндры вместимостью 10 и 100 см^3 по ГОСТ 1770.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру сушки (100 ± 4) °С.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

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

Установка для электролиза, состоящая из сетчатого (платинового) катода, анода, деревянной подставки и аккумулятора.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,830–1,835 г/ см^3, х.ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч., плотностью 1,4 г/ см^3.

6.2.3 Подготовка к испытанию

В стеклянный стакан вместимостью 150 см^3 наливают 80 см^3 дистиллированной

воды, затем добавляют для пробы из льняных тканей и изделий 2,4 см^3 серной кислоты и 0,8 см^3 азотной кислоты, а для пробы из хлопчатобумажных тканей и изделий – 1,6 см^3 серной кислоты и 0,8 см^3 азотной кислоты.

Азотная кислота должна быть свежепрокипяченной для удаления окислов азота.

6.2.4 Проведение испытания

Отобранную пробу помещают в стакан с раствором, подготовленным по п. 6.2.3, и кипятят на электрической плитке в течение 2 мин. После этого раствор охлаждают до 80–85 °С и в стакан опускают предварительно взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г сетчатый катод, внутрь которого помещают испытываемый материал. Стакан должен стоять на деревянной подставке, которую можно легко убрать к концу электролиза.

Затем сетчатый катод, опущенный в раствор, присоединяют к отрицательному полюсу, а анод вставляют внутрь катода и присоединяют к положительному полюсу. Включают ток и начинают отсчитывать время электролиза.

Напряжение должно быть 2–4,5 В, сила тока 0,5—1 А.

Медь начинает отлагаться на сетчатом катоде через 2–3 мин. Процесс отложения продолжается 1 ч (50 мин электролиз и 10 мин проверка полноты осаждения). Полноту осаждения меди проверяют добавлением дистиллированной воды в стакан. Анализ считают законченным, если часть катода, не покрытая медью, вновь за 10 мин не покроется ею. По окончании электролиза из-под стакана с электролитом вынимают деревянную подставку и стакан медленно опускают вниз, и при этом на освобождающиеся от раствора части электрода направляют струю воды и, не выключая ток, тотчас же опускают электроды в стакан с чистой дистиллированной водой. После промывки электроды освобождают от воды и ток выключают.

Разъединив электроды, катод ополаскивают в спирте или ацетоне, сушат над плиткой в течение 5 мин, в сушильном шкафу – при (100 ± 4) °С, охлаждают в эксикаторе 10 мин и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

6.2.5 Обработка результатов

Массовую долю меди (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{(m_6 - m_7) \cdot 100}{m_8}, \qquad (7)$$

где m_6 – масса катода с осажденной на нем медью, г;

m_7 – масса чистого катода, г;

m_8 – постоянно сухая масса пробы, г.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух определений, вычисленное с погрешностью не более 0,01 % и округленное до 0,1 %.

6.3 Определение массовой доли окиси хрома

6.3.1 Отбор проб – по 5.1.1
6.3.2 Применяемые аппаратура, реактивы и растворы – по 5.1.2
6.3.3 Подготовка к испытаниям – по 5.1.3
6.3.4 Проведение испытания – по 5.2.4
6.3.5 Обработка результатов – по 5.2.5

7 Методы определения массовой доли окиси алюминия в тканях с водоотталкивающей отделкой

7.1 Определение массовой доли окиси алюминия с применением 8-оксихинолина

7.1.1 Метод отбора проб

От пробы, отобранной по 3.1, берут две элементарные пробы массой 5 г каждая. Пробы должны быть предварительно мелко нарезаны, взвешены с погрешностью не более 0,0002 г.

7.1.2 Аппаратура, реактивы, растворы

Применяемая аппаратура – по 5.1.2.
Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.д.а.
Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, ч.д.а.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:3, х.ч.
8-оксихинолин, ч.д.а., 3 %-ный раствор.
Кислота винная по ГОСТ 5817, ч.д.а.
Калий йодистый по ГОСТ 4232, х.ч., 10 %-ный раствор.
Натрий серноватистокислый, 0.1 н. раствор, ч.д.а. [6].
Калий бромистый (бромид калия) по ГОСТ 4160, ч.д.а., 0.1 н. раствор.
Калий бромноватокислый (бромат калия) по ГОСТ 4457, 0.1 н. раствор, ч.д.а.
Кислота уксусная по ГОСТ 61, х.ч.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.1.3 Подготовка к испытанию

Отобранную пробу сжигают в тигле до полного озоления. Золу осторожно переносят в стеклянный стаканчик или коническую колбу и растворяют ее горячим раствором соляной кислоты. Раствор доводят до кипения и кипятят 5 мин, затем охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доливают до метки дистиллированной водой.

7.1.4 Проведение испытания

Для испытания берут 40 $см^3$ подготовленного раствора и дальнейшее испытание проводят, как указано в 5.3.3.

7.1.5 Обработка результатов – по 5.3.4

7.2 Определение массовой доли окиси алюминия с применением трилона Б

7.2.1 Отбор проб – по 7.1.1
7.2.2 Применяемые аппаратура, реактивы, растворы – по 5.4.2
7.2.3 Подготовка к испытанию – по 5.1.3
7.2.4 Проведение испытания

Пробу, отобранную по 7.1.1, сжигают в тигле до полного озоления. Золу осторожно переносят в стеклянный стакан или коническую колбу и растворяют горячим раствором соляной кислоты, затем раствор доводят до кипения, кипятят в течение 5 мин, после чего охлаждают, разбавляют дистиллированной водой до 100 $см^3$, прибавляют 2 г хлористого аммония, несколько капель раствора индикатора метилового красного и нагревают раствор до кипения. Далее в горячий раствор добавляют аммиак до перехода розовой окраски раствора в желтую и кипятят раствор еще 1–2 мин. Выпавший осадок гидрата окиси алюминия отфильтровывают и промывают на фильтре горячим 2 %-ным раствором хлористого аммония. Промытый осадок растворяют на фильтре горячим раствором соляной кислоты и хорошо промывают фильтр горячей дистиллированной водой. После чего фильтрат и промывные воды соединяют, охлаждают и прибавляют в колбу пипеткой

25 $см^3$ раствора трилона Б, несколько капель индикатора метилового красного и нейтрализуют по каплям раствором аммиака до перехода окраски раствора из красной в желтую. Затем прибавляют 2 $см^3$ уксусной кислоты, 10 $см^3$ раствора аммония уксуснокислого и 3–5 капель раствора гематоксилина. Раствор подогревают до кипения, при этом окраска раствора переходит из светло-желтой в оран-

жево-желтую (изменение окраски до фиолетовой означает, что взято недостаточное количество раствора трилона Б; в этом случае необходимо добавить пипеткой еще 10 см^3 раствора трилона Б). Горячий раствор титруют стандартным раствором сульфата алюминия до перехода окраски в красно-фиолетовую. Во время титрования температура в колбе с испытуемым раствором не должна быть ниже 70 °С.

Параллельно проводят контрольный анализ, т.е. в колбу для титрования вносят пипеткой 25 см^3 раствора трилона Б, прибавляют несколько капель раствора гематоксилина и несколько капель 40 %-ного раствора уксуснокислого аммония.

Стандартный раствор сульфата алюминия устанавливают в бюретке на нулевом делении и из бюретки в колбу с раствором трилона Б прибавляют стандартный раствор сульфата алюминия до появления устойчивой розово-красной окраски (для этого требуется менее 1 см^3 раствора). Затем в колбу с раствором добавляют см^{3}раствора уксуснокислого аммония и 2 см^3 раствора уксусной кислоты для создания pH=6. Колбу с раствором нагревают до кипения и продолжают титрование стандартным раствором сульфата алюминия до появления фиолетовой окраски. Температура в колбе при титровании не должна быть ниже 70 °С.

7.2.5 Обработка результатов

Массовую долю окиси алюминия (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{V_{тр}^{*}\left(1-\frac{V_6}{V_7}\right)\cdot 0{,}001019\cdot 100}{m_9}, \quad (8)$$

где $V_{тр}^{*}$ – объем точно 0,02М раствора трилона Б, взятый для титрования, см^3;

V_6 – объем 0,02 н. стандартного раствора сульфата алюминия, израсходованный на титрование испытуемого раствора, см^3;

V_7 – объем 0,02 н. стандартного раствора сульфата алюминия, израсходованный на титрование раствора контрольного анализа, см^3;

0,001019 - количество окиси алюминия, соответствующее 1 см^3 0,02М раствора трилона Б, г;

m_9 – постоянно сухая масса пробы, г.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух определений, вычисленное с погрешностью не более 0,01 % и округленное до 0,1 %.

8 Метод определения массовой доли меди в веревочных и других изделиях с биостойкой отделкой

8.1 Метод отбора проб

От проб, отобранных по 3.1, берут две элементарные пробы массой по 10 г каждая для определения меди в веревке и две пробы массой по 5 г для определения меди в шнурах, шпагате, нитках и других изделиях.

Пробы должны быть предварительно мелко нарезаны и взвешены с погрешностью не более 0,0002 г.

8.2 Аппаратура, реактивы, растворы

Применяемая аппаратура – по 5.1.2.
Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч., 0,02 н раствор.
Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч.
Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, 0,5 %-ный раствор.
Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.д.а.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:3, х.ч.
Аммоний роданистый по нормативной или технической документации.
Аммоний фтористый кислый по ГОСТ 9546, ч.д.а.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

8.3 Проведение испытания

Отобранную пробу сжигают в тигле до полного озоления. Золу осторожно переносят в стакан или коническую колбу и растворяют горячим раствором соляной кислоты, раствор доводят до кипения

и кипятят 5 мин. К горячему раствору прибавляют 100 см^3 дистиллированной воды, снова нагревают и нейтрализуют аммиаком до полученной ярко-голубой окраски медноаммиачного комплекса.

Образовавшийся осадок отфильтровывают и промывают горячей дистиллированной водой. Полученный раствор вместе с промывными водами выпаривают, подкисляют несколькими каплями крепкой серной кислоты до слабокислой реакции, прибавляют 3 г сухого йодистого калия, ставят в темное место и через 5 мин выделившийся йод оттитровывают раствором 0,02 н серноватистокислого натрия, прибавляя к концу титрования в качестве индикатора крахмал.

Допускается определять содержание меди ускоренным методом.

К раствору медноаммиачного комплекса прибавляют 2 г фтористого кислого аммония, 5 г йодистого калия (сухого), ставят в темное место и через 5 мин выделившийся йод оттитровывают 0,02 н. раствором серноватистокислого натрия, прибавляя в конце титрования раствор крахмала и 1 г роданистого аммония. Титруют до исчезновения синей окраски.

8.4 Обработка результатов

Массовую долю меди (X_7) в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{V_3 \cdot 0{,}00127 \cdot 100}{m_{10}}, \qquad (9)$$

где V_3 – объем точно 0,2 н. раствора серноватистокислого натрия, см^3;

0,00127 – количество меди, соответствующее 1 см^3 точно 0,02 н. раствора серноватистокислого натрия, г;

m_{10} – постоянно сухая масса пробы, г.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух определений, вычисленное с погрешностью не более 0,01 % и округленное до 0,1 %.

9 Методы определения массовой доли биоцидов в тканях и изделиях с биостойкой фунгицидной отделкой

9.1 Определение массовой доли биоцидов: салициланилида, оксидифенила (ортофенилфенола) или их смеси

9.1.1 Метод отбора проб

От проб, отобранных по 3.1, берут две элементарные пробы массой 2,5 г каждая, взвешенные с погрешностью не более 0,0002 г.

9.1.2 Аппаратура, реактивы, растворы

Колбы мерные вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 1770.

Стаканы химические вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 25336.

Воронки химические стеклянные по ГОСТ 25336.

Пипетки на 5, 10, 15, 20, 25 см^3 по нормативной или технической документации.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336.

Стекла часовые по ГОСТ 25336.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Аппарат Сокслета, состоящий из:

- холодильника стеклянного типа ХШ-КШ по ГОСТ 25336;
- насадки для экстрагирования по ГОСТ 25336;
- колбы плоскодонной типа ПКШ по ГОСТ 25336.

Баня песчаная электрическая, обеспечивающая заданные температурные параметры, по нормативной или технической документации.

Колориметр фотоэлектрический типа ФЭК-М56 [9].

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

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Спирт этиловый синтетический технический по [7].

Краситель диазоль розовый О по ГОСТ 11827, 1 %-ный раствор.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, ч.д.а., насыщенный раствор.

Натрий фосфорнокислый трехзамещенный по ГОСТ 9337, ч.д.а., 1 %-ный раствор - для определения салициланилида, 5 %-ный раствор - для определения оксидифенила и его смеси с салициланилидом.

Вещества вспомогательные Превоцел ЕО (Бунегаль-О), 0,1 %-ный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

9.1.3 Подготовка к испытанию

Метод определения массовой доли салициланилида, оксидифенила или их смеси основан на получении окрашенного раствора при реакции сочетания диазоля розового О с салициланилидом, оксидифенилом и их смесью и измерении цветного раствора на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром в кювете с толщиной слоя 10 мм.

Предварительно строят концентрационную кривую стандартного раствора. Для этого в мерную колбу вместимостью 250 см^3 последовательно добавляют 10 см^3 0,1 %-ного

спиртового раствора биоцида, 15 см^3 1 %-ного раствора диазоля розового О – для салициланилида и 20 см^3 для оксидифенила и его смеси с салициланилидом, 25 см^3 1 %-ного раствора фосфорнокислого трехзамещенного натрия – для салициланилида или 20 см^3 5 %-ного раствора фосфорнокислого трехзамещенного натрия – для оксидифенила и его

смеси с салициланилидом.

Раствор диазоля розового О необходимо готовить перед употреблением и нейтрализовать насыщенным раствором уксуснокислого натрия.

Полученный окрашенный раствор через 30 мин доводят до объема (до метки) 0,4 %-ным раствором Превоцела ЕО. Затем данный раствор разбавляют в соотношении 5:250, 10:250, 15:250, 20:250, 25:250, что соответствует концентрации 0,8; 1,6; 2,4; 3,2; 4,0 мг/дм^3 биоцида, и измеряют оптическую плотность. По полученным данным строят график, откладывая на горизонтальной оси значения указанной концентрации биоцида в мг/ дм^3, а на вертикальной оси – полученные значения оптической плотности растворов.

9.1.4 Проведение испытания

Пробу, отобранную по 9.1.1, экстрагируют в аппарате Сокслета этиловым спиртом не менее 8 циклов. Полученный экстракт (20–30 см^3) количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3. Колбу от экстракта промывают небольшими порциями по 5–7 см^3 этилового спирта и присоединяют к предыдущему экстракту. Затем добавляют к нему 15 см^3 1 %-ного раствора диазоля розового О для салициланилида и 20 см^3 для оксидифенила и его смеси с салициланилидом, 25 см^3 1 %-ного раствора фосфорнокислого трехзамещенного натрия – для салициланилида или 20 см^3 5 %-ного раствора фосфорнокислого трехзамещенного натрия для оксидифинила и его смеси с салициланилидом и оставляют стоять 30 мин до полного проявления окраски. Через 30 мин доводят объем окрашенного раствора до метки 0,4 %-ным раствором Превоцела ЕО, хорошо перемешивают и измеряют оптическую плотность.

9.1.5 Обработка результатов

Массовую долю биоцида (X_8) в процентах в тканях и изделиях вычисляют по формуле

$$X_8 = \frac{Y \cdot 250 \cdot C \cdot 100}{1000 \cdot m_{11}}, \qquad (9)$$

где Y – количество биоцида по концентрационной кривой, мг;

250 – первоначальный объем окрашенного раствора, см^3;

C – разбавление;

m_{11} – постоянно сухая масса пробы, г.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух определений, вычисленное с погрешностью не более 0,01 % и округленное до 0,1 %.

9.2 Определения массовой доли биоцидов: салициланилида, оксидифенила (ортофенилфенола) и их смеси при отсутствии фотоэлектроколориметра

9.2.1 Метод отбора проб

От проб, отобранных по 3.1, берут две элементарные пробы массой 2,5 г каждая, разрезают на части размером 10х10 мм и взвешивают с погрешностью до 0,002 г.

9.2.2 Применяемые реактивы и растворы – по 9.1.2

9.2.3 Проведение испытания

Пробу, приготовленную по 9.2.1, помещают в химический стакан вместимостью 25 см^3 и заливают 10 см^3 этилового спирта и оставляют на 30 мин, накрыв стаканчик часовым стеклом. Затем раствор фильтруют через бумажный фильтр, промывают пробу 5 см^3 спирта и также фильтруют. К 10 см^3 фильтрата добавляют 15 см^3 1 %-ного раствора диазоля розового О – для салициланилида и 20 см^3 – для оксидифенила и его смеси с салициланилидом, 25 см^3 1 %-ного раствора фосфорнокислого трехзамещенного натрия – для салициланилида или 20 см^3 5 %-ного раствора фосфорнокислого трехза-

мещенного натрия – для оксидифенила и его смеси с салициланилидом.

9.2.4 Обработка результатов

Окраску раствора сравнивают визуально с раствором биоцида в этиловом спирте концентрации: для проб тканей, пряжи или изделий I–III группы – 0,35 г/дм^3 для IV группы – 1,30 г/ дм^3. Для проб тканей, пряжи и изделий I группы берут 10 см^3, для II группы – 15 см^{3}для III и IV группы – 20 см^3 эталонного раствора и соответственно 10,0; 5,0 и 0,0 см^3 дистиллированной воды. Группы тканей, пряжи и изделий – по ГОСТ 15160.

9.3 Определение массовой доли салициланилида на льняных изделиях

9.3.1 Метод отбора проб

От проб, отобранных по 3.1, берут две элементарные пробы массой по 10 г каждая. Пробы должны быть мелко нарезаны и взвешены с погрешностью не более 0,002 г.

9.3.2 Аппаратура, реактивы, растворы

Аппарат Сокслета, состоящий из:

- шарикового холодильника типа ХШ-КШ по ГОСТ 25336;
- плоскодонной колбы типа ПКШ по ГОСТ 25336;
- насадки для экстрагирования по ГОСТ 25336.

Баня песчаная электрическая или водяная по нормативной или технической документации.

Стаканы химические вместимостью 50, 100 см^3 по ГОСТ 25336.

Колбы конические вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336.

Цилиндры вместимостью 25 см^3 по ГОСТ 1770.

Секундомер.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Бумага индикаторная по нормативной или технической документации.

Спирт этиловый синтетический технический [7].

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч., 3 %-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., раствор разбавленный 1:3 (одна часть кислоты и три части дистиллированной воды по объему).

Кальций уксуснокислый по ГОСТ 3159, 5 %-ный раствор.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч., 10 %-ный раствор.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия), 0,1 н. раствор, ч.д.а. [6].

Калий бромистый (бромид калия) по ГОСТ 4160, ч.д.а.

Калий бромноватокислый (бромат калия) по ГОСТ 4457, ч.д.а., 0,1 н. раствор.

Для приготовления бромид-бромата берут 2,783 г бромноватокислого калия и 11,9 г бромистого калия, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1000 см^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, 1 %-ный раствор.

9.3.3 Проведение испытания

Пробу, отобранную по 9.3.1, помещают в гильзу из фильтровальной бумаги и экстрагируют в аппарате Сокслета этиловым спиртом не менее 30 циклов. По окончании экстрагирования спирт отгоняют на том же аппарате Сокслета.

Полученный концентрированный экстракт переносят из колбы в стакан вместимостью 50–100 см^3. Во избежание потерь экстракта колбу промывают небольшими порциями (по 5–7 см^3) этилового спирта, который затем присоединяют к концентрированному спиртовому раствору экстракта. Затем спиртовой раствор в стакане выпаривают на кипящей водяной бане до полного испарения спирта. Полученный сухой остаток растворяют в 3 см^3 3 %-ного раствора едкого натра при нагревании на водяной бане, не допуская образования отдельных частиц или комочков.

В образовавшийся щелочной раствор прибавляют 10–12 см^3 подогретой до 50–60 °С дистиллированной воды и 10–12 см^3 раствора уксуснокислого калия. Через 10 мин раствор фильтруют в коническую колбу вместимостью 250 см^3.

Осадок на фильтре промывают дистиллированной водой. Промывные воды присоединяют к фильтрату. Затем к фильтрату прибавляют 40 см^3 0,1 н. раствора бромид-бромата, соляной кислоты, разбавленной 1:3, до кислой реакции по бумаге «конго» (синее окрашивание) и дополнительно 15 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:3. После перемешивания колбу с раствором ставят в темное место, предохраняя от прямых солнечных лучей, для бромирования салициланилида. Через 20 мин к испытуемому раствору прибавляют 10 см^3 раствора йодистого калия, накрывают колбу часовым стеклом и снова ставят в темное место.

Через 5 мин выделившийся йод оттитровывают 0,1 н. раствором серноватистокислого натрия в присутствии крахмала.

Одновременно проводят контрольный опыт: к 40 см^3 раствора бромид-бромата прибавляют 15 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:3, 10 см^3 раствора йодистого калия, ставят его в темное место и через 5 мин оттитровывают выделившийся йод раствором серноватистокислого натрия.

9.3.4 Обработка результатов

Массовую долю салициланилида (X_9) в процентах вычисляют по формуле

$$X_9 = \frac{(V_9 - V_{10})K \cdot 0{,}00355 \cdot 100}{m_{12}}, \quad (11)$$

где V_9 – количество 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия, израсходованное на титрование раствора бромид-бромата контрольного опыта, см^3;

V_{10} – количество 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия, израсходованное на титрование пробы, см^3;

K – поправка к 0,1 н. раствору серноватистокислого натрия;

0,00355 - количество салициланилида, соответствующее 1 см^{3}0,1 н. раствора серноватистокислого натрия, г;

m_{12} – постоянно сухая масса пробы, г.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух определений, вычисленное с погрешностью не более 0,01 % и округленное до 0,1 %.

9.4 Определение массовой доли 8-оксихинолината меди

9.4.1 Метод отбора проб

От проб, отобранных согласно 3.1, берут две элементарные пробы массой по 1–1,5 г. Пробы должны быть мелко нарезаны и взвешены с погрешностью до 0,002 г.

9.4.2 Аппаратура, реактивы, растворы

Колбы конические вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 250 и 100 см^{3}по ГОСТ 1770.

Пипетки на 5, 10, 15, 20, 25 см^3 по нормативной или технической документации.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336.

Фильтры стеклянные N 1 и 2 по ГОСТ 25336.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Секундомер.

Спектрофотометр типа СФ-4 или фотоэлектрический колориметр с длиной волны 365 нм, кюветой 1 см^3.

Термометр по ГОСТ 28498.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118, 2,5 н. раствор.

8-оксихинолинат меди по нормативной или технической документации, х.ч., 0,1 %-ный раствор в 2,5 н. растворе соляной кислоты; готовят следующим образом: 0,1 г 8-оксихинолината меди растворяют в горячем растворе 2,5 н. соляной кислоты. Раствор фильтруют через стеклянный фильтр N 1 или 2 и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки холодным раствором 2,5 н. соляной кислоты. Приготовленный раствор используют для построения концентрационной кривой стандартного раствора.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

9.4.3 Подготовка к испытанию

Предварительно строят концентрационную кривую стандартного раствора. Для этого 0,1 %-ный раствор 8-оксихинолината меди, приготовленный по 9.4.2, разбавляют 2,5 н.

соляной кислотой в соотношении 5:250; 10:250; 15:250; 20:250; 25:250 и измеряют оптическую плотность на спектрофотометре типа СФ-4 при длине волны 365 нм. По получен-

ным данным строят график, откладывая на горизонтальной оси значения концентрации 8-оксихинолината меди в растворе соляной кислоты в мг/дм^3, а на вертикальной оси – полученные значения оптической плотности растворов.

9.4.4 Проведение испытания

Пробу, отобранную по 9.4.1, экстрагируют в колбе вместимостью 100, 25 см^3 2,5 н. раствора соляной кислоты при температуре 80–90 °С в течение 15–20 мин. Эту операцию повторяют три раза. Экстракты собирают и фильтруют через стеклянный фильтр N 1 или 2. Фильтр промывают свежей порцией соляной кислоты и присоединяют к фильтрату. Полученный раствор переносят в мерную

колбу, доводят объем до 100 см^3 и измеряют оптическую плотность на спектрофотометре типа СФ-4 или фотоэлектрическом колориметре при длине волны 365 нм в кювете вместимостью 1 см^3.

В качестве раствора сравнения при спектрофотометрировании используют раствор, полученный в результате экстракции пробы, не содержащей 8-оксихинолината меди.

9.4.5 Обработка результатов

Массовую долю 8-оксихинолината меди (X_{10}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{10} = \frac{Y' \cdot 100 \cdot 100}{1000 \cdot m_{13}}, \quad (12)$$

где Y' – количество 8-оксихинолината меди по концентрационной кривой, мг/дм^3;

100 – объем испытуемого раствора, см^3;

m_{13} – постоянно сухая масса пробы, г.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух определений, вычисленное с погрешностью не более 0,001 % и округленное до 0,01 %.

10 Методы определения массовой доли нейтральных солей серной кислоты в пересчете на ион SO_3 в тканях и изделиях с отделкой

10.1 Органолептический метод определения количества нейтральных солей серной кислоты

Метод основан на сравнении степени помутнения раствора сернокислого бария, полученного из испытываемого раствора, со степенью мутности раствора сернокислого бария, полученного из эталонного раствора серной кислоты.

10.1.1 Отбор проб – по 4.1.1

10.1.2 Аппаратура, реактивы, растворы

Пробирки стеклянные по ГОСТ 25336.

Стаканы химические вместимостью 200 см^3 по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч., 10 %-ный раствор, х.ч.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, 10 %-ный раствор, ч.д.а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, 10 %-ный раствор, х.ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

10.1.3 Подготовка к испытанию

Отобранную пробу экстрагируют горячей дистиллированной водой по 4.4.3. Полученный водный экстракт используют для испытания.

10.1.4 Проведение испытания

В две пробирки из одного сорта стекла, одинаковых вместимостью и диаметром наливают по 5 см^3 раствора: в одну – отфильтрованный раствор, полученный по 10.1.3, в другую – контрольный раствор с определенным, в соответствии с таблицей 1, содержанием серной кислоты.

Таблица 1

№ раствора	Содержание серной кислоты, г/дм^3	Раствор соответствует содержанию иона SO_3, % от постоянно сухой массы испытуемого материала
1	0,06125	0,05
2	0,1225	0,10
3	0,1838	0,15
4	0,2450	0,20
5	0,3063	0,25
6	0,3675	0,30
7	0,4288	0,35
8	0,4900	0,40
9	0,5513	0,45
10	0,6125	0,50

В обе пробирки прибавляют по 1 см^3 раствора соляной кислоты и по 1 см^3 раствора хлористого бария.

Обе пробирки сильно встряхивают и сравнивают интенсивность помутнения. Помутнение пробирки с испытуемым раствором не должно быть больше, чем в пробирке с контрольным раствором.

Сравнивая испытываемый раствор с контрольными растворами, определяют, к какому из них

ближе всего подходит по интенсивности помутнения испытуемый раствор.

10.2 Весовой метод определения массовой доли нейтральных солей серной кислоты

10.2.1 Метод отбора проб

От проб, отобранных по 3.1, отбирают две элементарные пробы массой по 5 г. Проба должна быть предварительно мелко нарезана и взвешена с погрешностью не более 0,0002 г.

10.2.2 Аппаратура, реактивы, растворы

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

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336.

Стаканы химические вместимостью 300 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Воронка фарфоровая по ГОСТ 9147.

Колбы конические вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Капельница стеклянная по ГОСТ 25336.

Цилиндры вместимостью 10 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Тигли фарфоровые N 4 по ГОСТ 9147.

Печь муфельная типа ПМ-8 по нормативной или технической документации, обеспечивающая температуру 800 °С.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 $г/см^3$, х.ч.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, 2 %-ный раствор, х.ч.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, 1 %-ный раствор, ч.д.а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

10.2.3 Проведение испытания

Отобранную пробу кипятят в 150 $см^3$ дистиллированной воды в течение 30 мин, после чего раствор фильтруют через фарфоровую воронку, промывают на фильтре горячей водой и общий объем фильтрата доводят выпариванием приблизительно до 25 $см^3$. Затем фильтрат подкисляют 2–3 каплями соляной кислоты и осаждают на кипу 10 $см^3$ горячего раствора хлористого бария.

Осадок оставляют в покое на 12–15 ч, затем фильтруют через плотный фильтр, промывают холодной дистиллированной водой до исчезновения реакции на хлор (проба с азотнокислым серебром) и прокаливают в муфельной печи до постоянно сухой массы.

10.2.4 Обработка результатов

Массовую долю сернокислых солей (X_{11}) в пересчете на ион SO_3 в процентах вычисляют по формуле

$$X_{11} = \frac{m_{14} \cdot 0{,}343 \cdot 100}{m_{15}}, \qquad (12)$$

где m_{14} – масса прокаленного сернокислого бария, г;

0,343 – коэффициент для пересчета сернокислого бария на ион SO_3;

m_{15} – постоянно сухая масса пробы.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух определений, вычисленное с погрешностью не более 0,01 % и округленное до 0,1 %.

11 Метод определения массовой доли веществ, экстрагируемых бензолом или этиловым эфиром, в тканях и изделиях с отделкой и без отделки

11.1 Метод отбора проб

От проб, отобранных по 3.1, берут по две элементарные пробы массой по 5 г каждая. Пробы должны быть предварительно мелко нарезаны и взвешены с погрешностью не более 0,0002 г.

11.2 Аппаратура, реактивы, растворы

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336.

Аппарат Сокслета, состоящий из:

- холодильника шарикового типа ХШ-КШ по ГОСТ 25336;
- насадки для экстрагирования типа НЭ по ГОСТ 25336;

- колбы плоскодонной типа ПКШ по ГОСТ 25336.

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру (105 ± 4) °С.

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

Баня водяная по нормативной или технической документации.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Бензол по ГОСТ 5955.

Эфир этиловый по ГОСТ 8981.

11.3 Проведение испытания

Отобранную пробу завертывают в фильтровальную бумагу и закладывают в аппарат Сокслета таким образом, чтобы верхний край пробы был несколько ниже верхнего конца сифона. Затем наливают бензол или этиловый эфир так, чтобы его хватило для переливания при экстрагировании (примерно в 1,5–1,7 раза более объема экстрактора). Экстрагирование бензолом проводят на песчаной бане, а этиловым эфиром – на водяной бане в течение времени, обеспечивающим 8–10 циклов. По окончании экстрагирования бензол или этиловый эфир отгоняют из колбы и оставшийся экстракт переносят во взвешенные бюксы, тщательно ополаскивая колбы растворителем, выпаривают экстракт на песчаной бане досуха и высушивают в сушильном шкафу при температуре (93 ± 4) °С до постоянно сухой массы.

При наличии аппаратов Сокслета небольшого объема можно избежать переноса экстракта в бюксы и после отгонки растворителя сушить экстракт и доводить его до постоянно сухой массы в этих же колбах, предварительно взвешенных с погрешностью не более 0,0002 г. Для исключения влияния веществ, экстрагируемых из фильтровальной бумаги, проводится контрольный опыт.

11.4 Обработка результатов

Массовую долю веществ, экстрагируемых бензолом или этиловым эфиром (X_{12}), в процентах вычисляют по формуле

$$X_{12} = \frac{m_{16} \cdot 100}{m_{17}}, \qquad (13)$$

где m_{16} – постоянно сухая масса экстракта, г;

m_{17} – постоянно сухая масса пробы, г.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух определений, вычисленное с погрешностью не более 0,01 % и округленное до 0,1 %.

12 Метод определения присутствия свободного хлора в отбеленных тканях и изделиях

12.1 Метод отбора проб

От проб, отобранных по 3.1, берут две элементарные пробы массой по 0,1-0,2 г.

12.2 Аппаратура, реактивы, растворы

Пробирки по ГОСТ 25336.

Цилиндры вместимостью 10 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336.

Капельница по ГОСТ 25336.

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

Кислота уксусная по ГОСТ 61, 60 %-ный раствор, ч.д.а.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, 1%-ный раствор, отфильтрованный.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч., 1%-ный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

12.3 Проведение испытания

Отобранную пробу помещают в пробирку, приливают 10 $см^3$ воды, встряхивают до полного смачивания испытуемого материала и добавляют 2–3 капли раствора уксусной кислоты, 0,5 $см^3$ раствора крахмала и 0,5 $см^3$ раствора йодистого калия.

Появление на испытуемом материале сине-фиолетового окрашивания указывает на присутствие свободного хлора.

Метод следует применять до аппретирования тканей и изделий.

13 Метод определения присутствия сернистого натрия в окрашенных нитках

13.1 Метод отбора проб

От проб, отобранных по 3.1, с каждой паковки отбирают две элементарные пробы в виде моточков ниток массой по 10 г.

13.2 Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные равноплечие 2-го класса с наибольшим пределом взвешивания 200 г.
Колбы конические вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.
Стаканы химические вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.
Пробирки химические по ГОСТ 25336.
Плитка электрическая по ГОСТ 14919.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027, 10 %-ный раствор, ч.д.а.

13.3 Проведение испытания

Отобранные пробы помещают в стеклянный сосуд (колба, стакан) вместимостью 250 $см^3$, прибавляют 200 $см^3$ воды и кипятят 30 мин, добавляя во время кипячения горячую (80 °С) воду взамен испарившейся до первоначального уровня. Прокипяченный раствор наливают в пробирку и добавляют 3–5 капель раствора уксуснокислого свинца.

Появление черного осадка сернистого свинца указывает на присутствие в нитках сернистого натрия. За результат испытания принимают присутствие или отсутствие сернистого натрия. При расхождении результата испытания на двух элементарных пробах анализ должен быть повторен на вновь отобранных пробах. За окончательный результат испытания принимают наихудший результат повторных испытаний.

14 Метод определения массовой доли аппрета на основе водорастворимых продуктов и крахмала в тканях и изделиях с отделкой

14.1 Метод отбора проб

От проб, отобранных по 3.1, берут по две элементарные пробы массой по 5 г.

14.2 Аппаратура, реактивы, растворы

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336.
Стаканы химические стеклянные вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.
Стаканы фарфоровые вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 9147.
Палочки стеклянные по ГОСТ 25336.
Шкаф сушильный, обеспечивающий заданные температурные параметры.
Плитка электрическая по ГОСТ 14919.
Весы лабораторные равноплечие 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.
Бумага йодокрахмальная по нормативной или технической документации.
Хлорамин Т или Б по нормативной или технической документации или монохлорамин ХБ по ГОСТ 14193.

Синтанол ДС-10 или аналогичный неионогенный смачиватель по нормативно-технической документации.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165, ч.д.а.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч.

Йод по ГОСТ 4159, 0,1 %-ный раствор, ч.д.а.; готовят следующим образом: 0,1 г металлического йода и 1,5 г йодистого калия растворяют в небольшом количестве воды и после растворения дополняют раствор водой до объема 100 см^3.

14.3 Подготовка к испытанию

Отобранную пробу высушивают в сушильном шкафу при температуре (100 ± 4) °С до постоянно сухой массы с погрешностью не более 0,0002 г.

14.4 Проведение испытания

Отобранную пробу помещают в химический стакан, заливают 50 см^3 горячей воды, затем кипятят на плитке 1–2 мин, добавляют 250 см^3 раствора, содержащего 3 г/дм^3 едкого натра, 3 г/дм^3 смачивателя, 2 г/дм^3 хлорамина, 0,1 г/дм^3 сернокислой меди. Снова кипятят 3–5 мин до исчезновения реакции на активный хлор (проба на йодокрахмальную бумагу).

Далее раствор сливают и пробу хорошо промывают горячей и холодной дистиллированной водой.

Полное расщепление и удаление аппрета с анализируемой пробы проверяют раствором йода.

Если аппрет не удален, то кипячение в новой порции раствора повторяют. После полного расщепления аппрета пробу тщательно промывают в горячей (50 ± 2) °С и холодной (20 ± 2) °С дистиллированной воде, отжимают и высушивают в сушильном шкафу при температуре (100 ± 4) °С до постоянно сухой массы.

Примечание – Введение в раствор сернокислой меди следует проводить непосредственно перед обработкой.

14.5 Обработка результатов

Массовую долю аппрета (X_{13}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{13} = \frac{(m_{19} - m_{18}) \cdot 100}{m_{18}}, \qquad (14)$$

где m_{18} – постоянно сухая масса пробы после обработки, г;

m_{19} – постоянно сухая масса пробы до обработки, г.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух определений, вычисленное с погрешностью не более 0,01 % и округленное до 0,1 %.

15 Определения массовой доли аппретов в тканях и изделиях с малосминаемой, малоусадочной, малосмываемой отделками и стойкими каландровыми эффектами на основе азотсодержащих смол методом кислотного гидролиза

15.1 Метод отбора проб

От проб, отобранных по 3.1, берут две элементарные пробы массой по 2 г.

15.2 Аппаратура, реактивы, растворы

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336.

Стаканы химические стеклянные вместимостью 150 см^3 по ГОСТ 25336 или стаканы фарфоровые вместимостью 150 см^3 по ГОСТ 9147.

Цилиндры по ГОСТ 1770.

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

Секундомер.

Шкаф сушильный, обеспечивающий заданные температурные параметры.

Термометр по ГОСТ 28498.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, 1 %-ный раствор, ч.д.а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Метиловый оранжевый, 0,02 %-ный раствор [4].

Моющее средство для деликатной стирки по нормативной или технической документации, 0,2 %-ный раствор; готовят следующим образом: берут 2 г препарата и растворяют его в небольшом количестве воды и после растворения доводят раствор водой до объема 1000 см^3.

15.3 Проведение испытания

Отобранную пробу промывают раствором моющего средства в течение 10 мин при температуре раствора (40 ± 2) °С и модуле 1:50, затем промывают водой с температурой (40 ± 2) °С и холодной. После этого пробу высушивают в сушильном шкафу при температуре (100 ± 4) °С до постоянно сухой массы и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

Промытую и высушенную пробу помещают в химический стакан и обрабатывают 100 см^3 1 %-ного раствора соляной кислоты в течение 30 мин при температуре (70 ± 2) °С.

После этого сливают раствор соляной кислоты и промывают пробу два раза теплой водой (40 ± 2) °С и два раза холодной водой (20 ± 2) °С. Полноту отмывки соляной кислоты проверяют в промывной воде и на пробе с раствором индикатора – метилового оранжевого. Отсутствие появления розовой окраски от прибавления 2–3 капель раствора метилового оранжевого свидетельствует о полном удалении соляной кислоты.

Промытую пробу сушат в сушильном шкафу до постоянно сухой массы при температуре (100 ± 4) °С и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

15.4 Обработка результатов

Массовую долю аппрета (смолы) (X_{14}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{14} = \frac{(m_{21} - m_{20}) \cdot 100}{m_{20}}, \qquad (15)$$

где m_{20} – постоянно сухая масса пробы после обработки 1 %-ным раствором соляной кислоты, г;

m_{21} – постоянно сухая масса пробы до обработки 1 %-ным раствором соляной кислоты, г.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух определений, вычисленное с погрешностью не более 0,01 % и округленное до 0,1 %.

16 Метод определения массовой доли аппрета (полиэтилена и поливинилацетата) в тканях и изделиях с малосмываемым аппретом

16.1 Метод отбора проб

От проб, отобранных по 3.1, берут две элементарные пробы массой 5 г каждая.

16.2 Аппаратура, реактивы

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336.

Аппарат Сокслета, состоящий из:

- холодильника ХШ-КШ по ГОСТ 25336;
- насадки для экстрагирования типа НЭ по ГОСТ 25336;
- колбы плоскодонной типа ПКШ по ГОСТ 25336.

Баня песчаная электрическая по нормативной или технической документации.

Шкаф сушильный, обеспечивающий заданные температурные параметры.

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

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

16.3 Подготовка к испытанию

Отобранную пробу высушивают в сушильном шкафу при температуре (100 ± 4) °С до постоянно

сухой массы и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

16.4 Проведение испытания

Подготовленную пробу завертывают в фильтровальную бумагу и закладывают в экстрактор аппарата Сокслета таким образом, чтобы верхний край пробы был ниже верхнего конца сифона, затем заливают четыреххлористый углерод с таким расчетом, чтобы хватило для переливания при экстрагировании (полтора объема экстрактора после внесения туда анализируемой пробы). Экстрагирование производят на песчаной бане в течение времени, обеспечивающего 25 циклов.

По окончании экстрагирования навеску вынимают из экстрактора, освобождают от фильтровальной бумаги и сушат до постоянно сухой массы в сушильном шкафу при температуре (100 ± 4) °С.

16.5 Обработка результатов

Массовую долю аппрета (полиэтилена и поливинилацетата) (X_{15}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{15} = \frac{(m_{23} - m_{22}) \cdot 100}{m_{22}}, \quad (16)$$

где m_{22} – постоянно сухая масса пробы после экстрагирования, г;

m_{23} – постоянно сухая масса пробы до экстрагирования, г.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух определений, вычисленное с погрешностью не более 0,01 % и округленное до 0,1 %.

17 Метод определения степени мерсеризации ткани, пряжи и изделий хлопчатобумажных и хлопкополиэфирных

17.1 Метод отбора проб

От проб, отобранных по 3.1, берут две элементарные пробы массой 5 г каждая.

Контрольные пробы: для тканей используется миткаль хлопчатобумажный отбеленный неаппретированный и немерсеризованный, для пряжи используется хлопчатобумажная пряжа немерсеризованная аналогичных видов подготовки и номинальных линейных плотностей; для ниток - отбеленные немерсеризованные нитки аналогичных структур.

17.2 Аппаратура, реактивы, материалы

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Шкаф сушильный, обеспечивающий заданные температурные параметры (100 ± 5) °С.

Весы лабораторные технические 4-го класса точности (типа ВЛК-500) с наибольшим пределом взвешивания (500 ± 0,1) г по ГОСТ 8.520.

Электрический утюг по ГОСТ 307.1 – ГОСТ 307.2 или другой нормативной или технической документации.

Линейка по ГОСТ 427.

Секундомер.

Стаканы фарфоровые или стеклянные вместимостью 400 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г или аналогичного типа.

Колбы конические по ГОСТ 25336 вместимостью 100 $см^3$.

Колбы плоскодонные вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 25336 с резиновыми или притертыми пробками.

Стаканы стеклянные вместимостью 50– 100 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.

Бюретка, пипетка 2-го класса точности или аналогичного типа по нормативной или технической документации.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Хлорамин Т или хлорамин Б по нормативной или технической документации.

Бария гидроокись по ГОСТ 4107, раствор молярной концентрации 0,13 моль/дм^3 в соответствии с приложением А.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

Фенолфталеин, раствор с массовой долей 0,1 % [3].

Смачиватель Синтанол ДС-10 (допускается применение аналогичных неионогенных смачивателей) по нормативно-технической документации, раствор с массовой долей 5 %.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор с массовой долей 0,1 %.

17.3 Подготовка к испытанию

Перед определением баритового числа испытуемые и контрольные пробы, независимо от вида отделки, подвергают предварительной подготовке для удаления шлихты и

придания им способности смачиваться раствором едкого бария.

В фарфоровый или стеклянный стакан наливают раствор едкого натра массовой концентрации 3 г/дм^3, нагревают его до (98 ± 2) °С, добавляют хлорамин Т из расчета

3 г/дм^3, перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения хлорамина Т. Затем в раствор быстро погружают две элементарные пробы. Модуль ванны 1:20. Пробу кипятят в течение 10 мин. Вынимают, отмывают от щелочи горячей и холодной проточной водой, отжимают вручную и погружают в кипящий раствор смачивателя массовой концентрации 2 г/ дм^3. Кипятят в течение 5 мин с последующей промывкой горячей и холодной проточной водой и обработкой уксусной кислотой массовой концентрации (0,7 ± 0,2) г/ дм^3 при температуре (20 ± 2) °С в течение 5 мин при модуле ванны 1:20. Затем промывают холодной проточной водой до нейтральной реакции, окончательную пробу промывают дистиллированной водой.

Для определения полноты удаления крахмала на поверхность пробы наносят каплю раствора йода молярной концентрации 0,01 моль/ дм^3. Пятно должно иметь желтую или слабо-голубую окраску.

В случае недостаточно полного удаления крахмала операцию подготовки следует повторить.

Подготовленную пробу ткани высушивают глажением утюгом через неаппретированный миткаль.

Допускается при подготовке пряжи, неаппретированной крахмальным аппретом, использовать раствор смачивателя концентрацией 2 г/ дм^3 вместо хлорамина Т.

Подготовку ниток проводят следующим образом: нитки обрабатывают в растворе смачивателя 2 г/ дм^3 при температуре (100 ± 2) °С в течение 10 мин при модуле 1:20, затем промывают горячей и холодной водой.

Промытую пробу пряжи или ниток высушивают в сушильном шкафу при температуре (100 ± 5) °С до постоянно сухой массы.

Каждую пробу, подготовленную для определения баритового числа, разрезают на мелкие части размером 5х5 мм, а пряжу и нитки разрезают на мелкие части длиной 10–15 мм.

Испытуемые и контрольные пробы (каждую в отдельности) помещают в стеклянные стаканы, которые выдерживают не менее 2 ч в эксикаторе с насыщенным раствором азотнокислого аммония или углекислого калия при 65%-ной относительной влажности воздуха.

17.4 Проведение испытаний

От элементарных испытуемых и контрольных проб, подготовленных по 17.3 взвешивают пробу массой 2 г, помещают ее в плоскодонную колбу и приливают из бюретки (30 ± 0,05) дм^3 раствора гидроокиси бария молярной концентрации 0,13 моль/ дм^3. Одновременно такое же количество гидроокиси бария наливают в колбу без пробы. Все колбы плотно закрывают пробками, энергично встряхивают и устанавливают вдали от нагревательных приборов на 2 ч. Через каждые 10–15 мин колбы встряхивают.

По истечении 2 ч из колб с мерсеризованной пробой, с контрольной пробой и без пробы сухой пипеткой последовательно отбирают в конические колбы по 10 см^3 раствора гидроокиси бария. К отобранному раствору добавляют две капли спиртового раствора фенолфталеина и титруют раствором соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 до исчезновения розового окрашивания.

17.5 Обработка результатов

Баритовое число целлюлозы хлопка ($Б$) вычисляют по формуле

$$Б = \frac{(V - V_1)}{(V - V_2)} \cdot 100, \quad (17)$$

где V – объем раствора соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование раствора без пробы, см^3;

V_1 – объем раствора соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование испытуемой мерсеризованной пробы, см^3;

V_2 – объем раствора соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование контрольной немерсеризованной пробы, см^3.

Баритовое число целлюлозы хлопка текстильного материала, содержащего известное количество полиэфирного волокна ($Б_{хл}$), вычисляют по формуле

$$Б_{хл} = \frac{Б \cdot 100 - 7P}{100 - P}, \quad (18)$$

где 7 – коэффициент, учитывающий сорбционную способность мерсеризованного полиэфирного волокна;

P – определенная массовая доля полиэфирного волокна в пробе, %.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух определений, вычисленное с точностью до первого десятичного знака и округленное до целого числа.

При расхождении в значении определяемых показателей более чем на 2,5 % проводят повторное испытание на вновь отобранных элементарных пробах.

18 Метод определения количества свободного формальдегида в тканях и изделиях из них с отделками на основе формальдегидсодержащих смол

18.1 Метод отбора проб

Отбор проб – по ГОСТ 20566 со следующим дополнением: точечной пробой служит полоска ткани во всю ширину длиной 5 см. Каждая проба должна быть помещена в отдельный полиэтиленовый пакет и выдержана в течение 24 ч. От каждой из отобранных проб берут две элементарные пробы каждая массой 0,2–0,4 г, в зависимости от количества формальдегида в тканях (чем меньше предполагаемое количество формальдегида, тем больше масса пробы).

Элементарную пробу взвешивают с погрешностью ±0,001 г.

18.2 Аппаратура, реактивы, растворы

Колбы конические с притертыми пробками вместимостью 50 или 100 см^3 по ГОСТ 25336.

Колбы мерные вместимостью 100 см^3, 1 дм^3 по ГОСТ 1770.

Пипетки на 1, 2, 5, 10, 20 см^3 по нормативной или технической документации.

Фильтры стеклянные N 1 или N 22 по ГОСТ 23932.

Термометр по ГОСТ 28498.

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

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

Баня водяная по нормативной или технической документации.

Фотоэлектроколориметр типа КФК-2 с кюветой толщиной 20 мм, типа СФ-4 с длиной волны 412 нм с кюветой 10 мм.

Ацетилацетон по 10259, ч.д.а.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х.ч. или ледяная х.ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.д.а., 0,1 моль/дм^3 раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч.д.а., 0,1 моль/дм^3 раствор.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, х.ч.

Формалин технический по ГОСТ 1625.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Смачиватель типа сульфосида 31 по нормативной или технической документации, раствор концентрацией около 100 г/дм^3.

Тимолфталеин, 0,25-ный раствор, готовят по ГОСТ 4919.1.

Натрий сернистокислый (сульфат натрия) по ГОСТ 195, ч.д.а. или натрий сернистокислый

7-водный по нормативной или технической документации, ч.д.а., раствор готовят непосредственно перед проведением анализа из расчета 126 г безводного сульфита натрия для 252 г кристаллического, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 дм^3 с последующим тщательным перемешиванием.

Ацетилацетоновая смесь: 150 г уксуснокислого аммония растворяют в 800 см^3 дистиллированной воды, добавляют 3 см^3 уксусной кислоты и 2 см^3 ацетилацетона и разбавляют дистиллированной водой до объема 1000 см^3 и выдерживают 24 ч в темном месте. Смесь пригодна для испытания в течение одного месяца при условии хранения ее в темном месте.

18.3 Построение калибровочного графика

Готовят раствор с концентрацией формальдегида 2 г/ дм^3, для чего 5 см^3 раствора формалина разбавляют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1 дм^3 (раствор 1). Точную концентрацию этого раствора устанавливают сульфитным методом, для чего в коническую колбу вместимостью 100 см^3 помещают 25 см^3 испытуемого раствора, добавляют 2 капли тимолфталеина и нейтрализуют 0,1 моль/дм^3 раствором гидроокиси натрия до бледно-голубой окраски.

В другую колбу помещают 15 см^3 раствора сульфита натрия, добавляют 2 капли тимолфталеина и нейтрализуют 0,1 моль/дм^3 раствором соляной кислоты до исчезновения голубой окраски или 0,1 моль/дм^3 раствором гидроокиси натрия до бледно-голубой

окраски.

Нейтральный раствор сульфита натрия переливают в колбу с испытуемым раствором, перемешивают в течение 2 мин и титруют 0,1 моль/дм^3 раствором соляной кислоты до исчезновения голубой окраски.

Количество формальдегида в растворе 1 (C_1), выраженное в г/дм^3, вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{V_3 \cdot 0{,}003003 \cdot 1000}{25}, \qquad (19)$$

где V_3 – объем точно 0,1 моль/дм^3 соляной кислоты, пошедшей на титрование, см^3;

0,003003 – количество формальдегида, соответствующего 1 см^3 точно 0,1 моль/дм^3 раствора соляной кислоты;

25 – объем раствора формальдегида, взятый для анализа, см^3.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не должно превышать 0,02 г/дм^3.

После уточнения концентрации раствора 1 готовят раствор 2. Для этого 10 см^3 раствора 1 пипеткой вносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доводят до метки дистиллированной водой. Для построения калибровочного графика от раствора 2 отбирают 1, 2, 5, 7 и 10 см^3 и переносят в конические колбы вместимостью 50 см^3. В каждую колбу добавляют 10 см^3 ацетилацетоновой смеси и необходимое количество дистиллированной воды до объема, равного 20 см^3. Колбы помещают на водяную баню и выдерживают 30 мин при температуре (40 ± 2) °С, охлаждают в течение 30 мин при температуре 18–25 °С. Содержимое колб переносят в мерные колбы вместимостью 100 см^3, туда же дистиллированной водой смывают капли раствора со стенок колб и доводят до метки.

Параллельно проводят «холостой опыт», где вместо раствора формальдегида отбирают 10 см^3 дистиллированной воды, который используют в качестве раствора сравнения при измерении оптической плотности.

Если концентрация формальдегида в растворе 1 составляла 2,0 г/дм^3, то количество формальдегида в приготовленных стандартных растворах соответственно 0,20; 0,40;

1,0; 1,4; 2,0 мг/ дм^3.

Измеряют оптическую плотность полученных растворов на фотоэлектроколориметре при синем светофильтре или спектрофотометре при длине волны 412 нм. По полученным данным строят график, откладывая на горизонтальной оси расчетные значения концентрации формальдегида в мг/ дм^3, а на вертикальной оси - полученные данные оптической плотности растворов.

18.4 Проведение испытаний

Элементарные пробы, отобранные по 18.1 взвешивают, разрезают на части размером 1 см^3 и помещают каждую в коническую колбу с притертой пробкой, заливают 20 см^3 дистиллированной воды (это количество отбирают пипеткой). Если кусочки ткани плохо смачиваются водой, то необходимо добавить 1–2 капли раствора смачивателя типа сульфосида 31 концентрацией около 100 г/дм^3. Колбы помещают на водяную баню и выдерживают при температуре (40 ± 2) °С в течение 60 мин при по-

мешивании через каждые 5 мин. Затем сразу раствор фильтруют через стеклянный фильтр, после чего в коническую колбу с притертой пробкой отбирают от каждой пробы 5–10 см^3 фильтрата (в зависимости от содержания формальдегида), добавляют 10 см^3 ацетилацетоновой смеси и выдерживают 30 мин при температуре (40 ± 2) °С, охлаждают при температуре 18–25 °С. Содержимое конических колб без потерь переносят в мерные колбы вместимостью

100 см^3, доводят до метки дистиллированной водой.

Параллельно проводят «холостой опыт», где вместо фильтрата используют дистиллированную воду, в дальнейшем этот раствор применяют в качестве раствора сравнения при измерении оптической плотности.

Если фильтрат окрашен, то дополнительно в коническую колбу с притертой пробкой отбирают 5–10 см^3 фильтрата и добавляют вместо ацетилацетоновой смеси 10 см^3 дистиллированной воды, дальнейшую обработку проводят как описано выше. Оптическую плотность этого раствора измеряют в сопоставлении с дистиллированной водой и полученную величину вычитают из значения оптической плотности, определенной для раствора с добавлением ацетилацетоновой смеси.

Если требуется доказать, что оптическая плотность испытываемых растворов обусловлена только наличием в них формальдегида, то проводят дополнительные испытания как приведено в приложении В.

Определяют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре при синем светофильтре или спектрофотометре при длине волны 412 нм.

При возникновении разногласий между изготовителем и потребителем применяют спектрофотометр.

18.5 Обработка результатов

Количество свободного формальдегида (C_2), выраженное в микрограммах на грамм ткани (мкг/г), вычисляют по формуле

$$C_2 = \frac{20 \cdot 100 \cdot C_\Phi}{V_4 \cdot m_{24}}, \qquad (20)$$

где C_Φ – количество формальдегида, найденное по калибровочному графику, мг/дм^3;

V_4 – объем фильтрата, взятый на анализ, см^3;

m_{24} – масса элементарной пробы, г;

20 – количество дистиллированной воды, помещенной в колбу с навеской, см^3;

100 – вместимость колбы, см^3.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, вычисленное с точностью до первого десятичного знака и округленное до целого числа. Допускаемые расхождения между параллельными опытами не должны превышать ± 3 %.

Результаты испытаний записывают в протокол по форме в соответствии с приложением С.

Приложение А
(рекомендуемое)

Приготовление 0,13 моль/дм^3 раствора гидроокиси бария

Для приготовления 10 дм^3 раствора гидроокиси бария молярной концентрации 0,13 моль/дм^3 на технических весах берут навеску гидроокиси бария массой (460 ± 10) г. Навеску переносят в бутыль вместимостью 20 дм^3, заливают ее (10 ± 0,1) дм^3 дистиллированной водой, нагретой до температуры (35 ± 10) °С.

Бутыль плотно закрывают пробкой, энергично встряхивают и устанавливают вдали от нагревательных приборов на 15 ч.

По истечении 15 ч прозрачный, отстоявшийся раствор сливают с помощью сифона в бутыль вместимостью 10 дм^3, соединенную с бюреткой. Верхний конец бюретки необходимо снабжать хлоркальциевой трубкой. Молярность приготовленного раствора гидроокиси бария определяют титрованием раствором соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/ дм^3.

Приложение В
(рекомендуемое)

Проверка пробы с димедоном

Аппаратура и реактивы

5,5-диметил-1,3-циклогександион (димедон) по ТУ 6-09-4690, ч.д.а.

Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия по ГОСТ 18300.

Аппаратура по 18.2.

В коническую колбу с притертой пробкой отбирают 5 см^3 фильтрата, туда же добавляют 1 см^3 спиртового раствора димедона свежеприготовленного растворением 1 г димедона в 100 см^3 этилового спирта, встряхивают, выдерживают на водяной бане при температуре (40 ± 2) °С в течение 10 мин, добавляют 10 см^3 ацетилацетоновой смеси, встряхивают и выдерживают 30 мин при (40 ± 2) °С, охлаждают при 18–25 °С в течение 30 мин, переносят в мерные колбы вместимостью 100 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

Измеряют оптическую плотность, используя в качестве раствора сравнения пробу «холостой опыт» (см.18.4).

Если оптическая плотность не фиксируется прибором, следовательно, в испытуемой пробе присутствует только формальдегид.

Приложение С
(рекомендуемое)

Протокол испытаний

Наименование предприятия

Наименование ткани, артикул

Вид отделки

Количество формальдегида, мкг/г

Дата Подпись

Библиография

[1]	Технические условия ТУ 6-09-5359	Квасцы железоаммонийные (аммоний-железо (III) сульфат 12-водный)
[2]	Технические условия ТУ 13-0279411-11–90	Бумага для специальных изделий
[3]	Технические условия ТУ 6-09-5360	Фенолфталеин. Технические условия
[4]	Требования к этому объекту стандартизации устанавливают в национальных нормативных документах стран-участников СНГ, исходя из потребностей и/или особенностей национальной экономики	Метиловый оранжевый раствор
[5]	Национальный стандарт Российской Федерации ГОСТ Р 51652–2000	Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия.
[6]	Требования к этому объекту стандартизации устанавливают в национальных нормативных документах стран-участников СНГ, исходя из потребностей и/или особенностей национальной экономики	Натрий серноватистокислый
[7]	Требования к этому объекту стандартизации устанавливают в национальных нормативных документах стран-участников СНГ, исходя из потребностей и/или особенностей национальной экономики	Спирт этиловый синтетический технический
[8]	Требования к этому объекту стандартизации устанавливают в национальных нормативных документах стран-участников СНГ, исходя из потребностей и/или особенностей национальной экономики	Метиловый красный спиртовой раствор
[9]	Технические условия ТУ 3.3.1860–85	Колориметр фотоэлектрический КФК-2МП

УДК 677.014.24:006.354 МКС 59.080.30 М02

Ключевые слова: ткани, изделия, льняные, полульняные, хлопчатобумажные, смешанные, методы определения присутствия соединений, методы определения массовой доли соединений, метод определения массовой доли аппрета, метод определения степени мерсеризации, метод определения количества свободного формальдегида

Подписано в печать 07.04.2015. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 4,19. Тираж 31 экз. Зак. 1194.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru

gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru