МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОЛОКНО ШТАПЕЛЬНОЕ И ЖГУТ ХИМИЧЕСКИЕ

Методы определения массовой доли свободной серы

Издание официальное

БЗ 10—2000/309

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом МТК 316 «Искусственные волокна и нити», Акционерным научно-исследовательским центром вискоза (ЗАО «АНИЦ ВИСКОЗА»)

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 20 от 1 ноября 2001 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государств	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт

3 Стандарт гармонизирован с ДИН 54288 «Количественное определение серы в вискозных волокнах» 1977 г. в части ускоренного метода определения свободной серы

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 18 марта 2002 г. № 103-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 10213.7—2001 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 марта 2003 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 10213.7—73

© ИПК Издательство стандартов, 2002

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Определения 2
4 Сущность методов 2
5 Средства испытаний и вспомогательные устройства 2
6 Порядок подготовки к проведению испытаний 3
7 Порядок проведения испытаний 3
8 Обработка результатов испытаний 4
Приложение А Протокол (журнал) испытаний 5

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОЛОКНО ШТАПЕЛЬНОЕ И ЖГУТ ХИМИЧЕСКИЕ

Методы определения массовой доли свободной серы

Chemical staple fibre and tow.
Methods for determination of free sulphur mass percentage content

Дата введения 2003—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на вискозные штапельное волокно и жгут и устанавливает методы (основной и ускоренный) определения массовой доли свободной серы в неокрашенных и крашенных в массе штапельном волокне и жгуте.

Ускоренный метод определения свободной серы допускается применять по согласованию заинтересованных сторон для неокрашенных штапельных волокон и жгута.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 195—77 Натрий сернистокислый. Технические условия

ГОСТ 1625—89 Формалин технический. Технические условия

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

ГОСТ 4159—79 Йод. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 7328—2001 Гири. Общие технические условия

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

ГОСТ 10163—76 Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 10213.0—73 (ИСО 1130—75) Волокно и жгут химические. Правила приемки и метод отбора проб

ГОСТ 10213.1—73 (ИСО 1973—76) Волокно и жгут химические. Метод определения линейной плотности

ГОСТ 10213.3—73 Волокно и жгут химические. Метод определения влажности

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

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

ГОСТ 24104—88* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

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

ГОСТ 27244—93 Производство химических волокон. Термины и определения

*С 01.07.2002 г. вводится в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

3 Определения

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:
вискозное штапельное волокно: Целлюлозное волокно ограниченной длины, полученное вискозным способом;
вискозный жгут: Совокупность большого числа элементарных целлюлозных нитей, полученных вискозным способом, соединенных без крутки и предназначенных для резания;
штапельное химическое волокно: По ГОСТ 27244;
химический жгут: По ГОСТ 27244.

4 Сущность методов

По основному методу определяют массовую долю свободной серы в сухом волокне, по ускоренному — в кондиционированном волокне.
Методы определения свободной серы в штапельном волокне и жгуте основаны на йодометрическом титровании серноватистокислого натрия, образующегося в результате взаимодействия сернистокислого натрия с элементарной серой, содержащейся в волокне.
При ускоренном методе титрование проводят без удаления волокна из раствора.

5 Средства испытаний и вспомогательные устройства

5.1 Для проведения испытаний по основному методу применяют:
- весы лабораторные, 2-го класса с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104;
- гири общего назначения, 2 класс, по ГОСТ 7328;
- электроплитку по ГОСТ 14919;
- колбу К-1-250(500)-29/32 ТС или П-1-250(500)-29/32 ТС по ГОСТ 25336;
- холодильник шариковый типа ХШ по ГОСТ 25336;
- колбу с тубусом К-1-500 по ГОСТ 25336;
- воронку Бюхнера по ГОСТ 9147;
- колбу Кн-2-500-34 ТХС по ГОСТ 25336;
- колбу мерную 1(2)-500-2 по ГОСТ 1770;
- воронку В-75-110 ХС или В-56-80 ХС по ГОСТ 25336;
- стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336;
- бюретку 1-3-2-25-0,1 или 1-2-2-5-0,02 по ГОСТ 29251;
- пипетку 2-2-100 по ГОСТ 29169;
- цилиндры 1-5; 1-10; 1(3)-100 по ГОСТ 1770;
- йод по ГОСТ 4159, раствор молярной концентрации c ($^1/_2I_2$) = 0,05 моль/дм^3 (0,05 н.);
- формалин по ГОСТ 1625, водный раствор с массовой долей формальдегида 37 — 40 %;
- кислоту уксусную по ГОСТ 61, раствор с массовой долей 20 %;
- натрий сернистокислый по ГОСТ 195, раствор с массовой долей 1,5 %, готовят не реже одного раза в 2—3 дня;
- крахмал по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 1,0 %;
- воду дистиллированную.

5.2 Для проведения испытаний по ускоренному методу применяют:
- натрий сернистокислый по ГОСТ 195, раствор молярной концентрации c($^1/_2Na_2SO_3$) = = 1 моль/дм^3 (1 н.), готовят не реже одного раза в 2—3 дня;
- формалин по ГОСТ 1625, водный раствор с массовой долей формальдегида 35 %;
- индикатор метилоранжевый;
- серную кислоту по ГОСТ 4204, раствор молярной концентрации c($^1/_2H_2SO_4$) = 1 моль/дм^3 (1 н.);
- крахмал по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 2,0 %;
- йод по ГОСТ 4159, раствор молярной концентрации c($^1/_2I_2$) = 0,05 моль/дм^3 (0,05 н.);

- колбу К-1-250(500)-29/32 ТС или П-1-250(500)-29/32 ТС по ГОСТ 25336;
- водяную баню;
- весы лабораторные 2-го класса с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие, обеспечивающие такую же точность взвешивания по ГОСТ 24104;
- воду дистиллированную;
- цилиндры 1-5; 1-10; 1(3)-100 по ГОСТ 1770.

6 Порядок подготовки к проведению испытаний

6.1 Для проведения испытаний по основному методу из разных мест лабораторной пробы, отобранной по ГОСТ 10213.0, отбирают две элементарные пробы массой от 5 до 6 г для определения массовой доли свободной серы в неокрашенном штапельном волокне или жгуте и массой от 6 до 10 г для волокна, крашенного в массе.

6.2 Для проведения испытания по ускоренному методу отбирают три элементарные пробы массой около 5 г и выдерживают в климатических условиях по ГОСТ 10681. Время кондиционирования в соответствии с ГОСТ 10213.1.

7 Порядок проведения испытаний

7.1 Для определения основным методом массовой доли свободной серы в неокрашенном волокне или жгуте элементарную пробу помещают в плоскодонную или круглодонную колбу вместимостью 250 $см^3$, с помощью мерного цилиндра заливают 100 $см^3$ раствора сернистокислого натрия в соответствии с 5.1 и добавляют несколько кусочков фарфора (для равномерного кипения). Колбу присоединяют к обратному холодильнику с помощью шлифа или корковой пробки, нагревают содержимое до кипения и кипятят в течение 30 мин. Затем холодильник промывают небольшим количество дистиллированной воды. Волокно отфильтровывают на воронке Бюхнера через слой бязи и промывают 200 $см^3$ горячей дистиллированной воды при переменном включении (при отсосе) и выключении (при промывке) вакуума. Затем фильтрат переводят в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$.

Колбу для фильтрации промывают несколько раз дистиллированной водой, и промывные воды присоединяют к фильтрату. К охлажденному фильтрату с помощью мерного цилиндра добавляют 10 $см^3$ формалина, 5 $см^3$ раствора уксусной кислоты с массовой долей 20 %, 1—2 $см^3$ раствора крахмала с массовой долей 1,0 % и титруют раствором йода молярной концентрации 0,05 моль/$дм^3$ до появления светло-сиреневого окрашивания раствора. Титрование проводят из микробюретки или бюретки в зависимости от нормированной массовой доли серы в волокне. Ежедневно ставят холостой опыт.

7.2 Для определения основным методом массовой доли свободной серы в волокне, крашенном в массе, испытания проводят со следующими изменениями:

фильтрат и промывные воды переводят в мерную колбу, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают;

из разбавленного фильтрата отбирают 100 $см^3$ раствора и подвергают титрованию до резкого изменения окраски раствора от одной капли раствора йода.

7.3 Для определения массовой доли серы ускоренным методом элементарную пробу помещают в плоскодонную колбу и взвешивают с погрешностью не более 0,01 г. Волокно смачивают 200 $см^3$ дистиллированной воды и добавляют 25 $см^3$ раствора сернистокислого натрия молярной концентрации 1 моль/$дм^3$.

Содержимое колбы нагревают 30 мин на кипящей водяной бане. После охлаждения добавляют 40 $см^3$ формалина. Волокна из раствора не удаляют.

Добавляют небольшое количество метилоранжевого индикатора и замещают капельно раствором серной кислоты молярной концентрации 1 моль/$дм^3$ до тех пор, пока индикатор не превратится из оранжевого (желтого) в красный.

Затем добавляют 2 $см^3$ раствора крахмала и титруют раствором йода молярной концентрации 0,05 моль/$дм^3$ до тех пор, пока светло-сиреневая окраска сохраняется в течение 1 мин. Таким же образом проводят холостой опыт.

8 Обработка результатов испытаний

8.1 При определении по основному методу массовую долю свободной серы в штапельном волокне или жгуте S, %, вычисляют по формулам:

в неокрашенном волокне

$$S = \frac{(V_1 - V_2)\, K\, 0{,}0016\, (100 + W)}{m}, \quad (1)$$

в крашенном в массе волокне

$$S = \frac{(V_1 - V_2)\, K\, 0{,}0016 \cdot 5\, (100 + W)}{m}, \quad (2)$$

где V_1 — объем раствора йода молярной концентрации $c(^1/_2I_2)$ = 0,05 моль/дм^3 (0,05 н.), израсходованного на титрование пробы, см^3;

V_2 — объем раствора йода молярной концентрации $c(^1/_2I_2)$ = 0,05 моль/дм^3 (0,05 н.), израсходованного на титрование холостой пробы, см^3;

K — коэффициент поправки к концентрации 0,05 моль/дм^3 раствора йода;

m — масса волокна, взятого для анализа, г;

W — фактическая влажность штапельного волокна или жгута, %, определенная по ГОСТ 10213.3 для лабораторной пробы, отобранной по 6.1;

0,0016 — титр 0,05 моль/дм^3 раствора йода по сере, г/см^3.

Вычисления проводят до четвертого десятичного знака с последующим округлением до третьего десятичного знака при определении массовой доли серы менее 0,08 % и до третьего десятичного знака с округлением до второго десятичного знака при определении массовой доли серы более 0,08 %.

За результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

8.2 Массовую долю свободной серы при определении по ускоренному методу S_y, %, вычисляют по формуле

$$S_y = \frac{(V_1^1 - V_2^1)\, 0{,}0016\, K\, 100}{m}, \quad (3)$$

где V_1^1 — объем раствора йода молярной концентрации $c(^1/_2I_2)$ = 0,05 моль/дм^3 (0,05 н.), израсходованного на титрование пробы, см^3;

V_2^1 — объем раствора йода молярной концентрации $c(^1/_2I_2)$ = 0,05 моль/дм^3 (0,05 н.), израсходованного на титрование холостой пробы, см^3;

m — масса волокна, взятого для анализа, г;

K — коэффициент поправки к концентрации 0,05 моль/дм^3 раствора йода;

0,0016 — титр 0,05 моль/дм^3 раствора йода по сере, г/см^3.

Вычисления проводят до четвертого десятичного знака с последующим округлением до третьего десятичного знака при определении массовой доли серы менее 0,08 % и до третьего десятичного знака с округлением до второго десятичного знака при определении массовой доли серы более 0,08 %.

За результат принимают среднеарифметическое значение результатов трех параллельных определений.

8.3 Результаты испытаний должны быть оформлены протоколом, приведенным в приложении А.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Протокол (журнал) испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующие данные:
наименование продукции и обозначение настоящего стандарта;
номер партии;
массы элементарных проб, г;
влажность волокна, %;
метод определения массовой доли серы;
результаты испытаний;
дату проведения испытаний;
подпись лица, проводившего испытание.

УДК 677.4:546.22.06:006.354 МКС 59.060.20 М99 ОКСТУ 2209

Ключевые слова: штапельное химическое волокно, химический жгут, вискозное волокно, массовая доля свободной серы

Редактор *Т.П. Шашина*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *В.И. Кануркина*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 26.03.2002. Подписано в печать 17.04.2002. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,65.
Тираж 181 экз. С 5209. Зак. 338.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 103062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru