ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 17299-3— 2017

МАТЕРИАЛЫ ТЕКСТИЛЬНЫЕ

Определение дезодорирующих свойств

Часть 3

Метод газовой хроматографии

(ISO 17299-3:2014,
Textiles — Determination of deodorant property — Part 3:
Gas chromatography method,
IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (АО «ВНИИС») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 412 «Продукция текстильной и легкой промышленности»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 11 мая 2017 г. № 369-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 17299-3:2014 «Материалы текстильные. Определение дезодорирующего свойства. Часть 3. Метод газовой хроматографии» (ISO 17299-3:2014 «Textiles — Determination of deodorant property — Part 3: Gas chromatography method», IDT).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (пункт 3.5).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2017

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 Сущность метода 1
4 Реактивы 1
5 Аппаратура и материалы 2
6 Условия испытания 2
7 Порядок проведения испытания 2
8 Расчет степени уменьшения запаха 4
Приложение А (справочное) ГХ-параметры 5
Приложение В (справочное) Результаты межлабораторного испытания 6
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным и межгосударственным стандартам 10

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МАТЕРИАЛЫ ТЕКСТИЛЬНЫЕ

Определение дезодорирующих свойств

Часть 3

Метод газовой хроматографии

Textiles. Determination of deodorant properties. Part 3. Gas chromatography method

Дата введения — 2018—02—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод газовой хроматографии (ГХ) для определения дезодорирующих свойств текстильной продукции всех видов. Настоящий метод применим к пахучим химическим реактивам, таким как индол, изовалериановая кислота, ноненал и уксусная кислота с добавлением хлорида натрия (NaCl). В настоящем методе представлены два способа подготовки к испытанию:

- способ А: пахучее химическое вещество помещают в контейнер, исключая контакт с испытуемым образцом. Каждое химическое вещество испытывают отдельно;
- способ В: пахучее химическое вещество впрыскивают в контейнер непосредственно на образец для испытания. Испытуемые химические вещества в этом случае являются смесью уксусной кислоты и хлорида натрия (NaCl).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты:

ISO 139, Textiles — Standard atmospheres for conditioning and testing (Текстиль. Стандартные атмосферные условия для кондиционирования и испытаний)

ISO 3696, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний)

3 Сущность метода

Концентрацию пахучих химических компонентов газа в контейнерах с образцом для испытания или без него после заданного времени контактирования измеряют методом ГХ. Снижение уровня концентрации пахучих химических веществ в контейнере рассчитывают на основе данных по концентрации, полученных с испытуемым образцом и без него.

4 Реактивы

Если не установлено иное, используют реактивы аналитической чистоты.

4.1 Уксусная кислота (CH_3COOH), реактив чистотой 99,7 %.

4.2 Индол (C_8H_7N), реактив.

4.3 Изовалериановая кислота, реактив чистотой 98,0 %.

4.4 2-Ноненал ($C_9H_{16}O$), реактив чистотой 95,0 %.

4.5 Разбавляющий газ, газообразный азот из газового баллона чистотой 99,99 %.

Издание официальное

4.6 Хлорид натрия (NaCl), х. ч.

4.7 Этанол, х. ч.

4.8 Вода 3-й степени чистоты по ИСО 3696.

5 Аппаратура и материалы

5.1 Коническая стеклянная колба вместимостью 500 $см^3$.

5.2 Герметизирующая пленка, способная расширяться без проникания воздуха (например, Parafilm[1)]).

5.3 Инжекционная виала вместимостью 22 $см^3$ с резиновой пробкой и алюминиевой крышкой.

5.4 Инжекционный шприц, позволяющий проводить впрыскивание в объеме 8 и 850 $мм^3$.

5.5 Газонепроницаемый шприц.

5.6 Нагревательная печь, способная поддерживать температуру (80 ± 2) °С в течение 30 мин.

5.7 Аппаратура для ГХ с пламенно-ионизационным детектором (ПИД) или масс-селективным детектором (МСД).

5.8 Резиновая пробка и алюминиевая крышка.

6 Условия испытания

Условия испытания устанавливают в соответствии с требованиями ИСО 139: температура — 20 °С и относительная влажность — 65 %.

7 Порядок проведения испытания

7.1 Общие положения

В настоящем разделе представлены два способа подготовки к испытанию — А и В. По согласованию заинтересованных сторон выбирают один их указанных способов.

7.2 Подготовка образца для испытания

Размеры или массы испытуемых образцов приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Размер или масса образца для испытания

Тип образца для испытания	Размер или масса образца для испытания	
	Способ А	Способ В
Полотна (тканые, трикотажные, нетканые и ленты)	(50 ± 2,5) $см^2$	(25 ± 1,25) $см^2$
Нити, волокна и перо	(0,5 ± 0,025) г	—

Примечание — В случае многослойной продукции край и необработанный слой (или слой, не представляющий интерес) могут быть покрыты алюминиевыми листами для того, чтобы исключить контакт с имеющей запах атмосферой, или в способе А изделие (с внутренним слоем, не представляющим интерес) может быть сложено пополам.

7.3 Способ А

7.3.1 Подготавливают шесть конических колб (5.1) вместимостью 500 $см^3$ каждая, три из которых используют для испытания с образцом и три — для контрольного испытания без образца.

7.3.2 Очищают (продувают) колбы с использованием газообразного азота или чистого воздуха в количестве, превышающем в пять раз вместимость колбы.

7.3.3 Подготовка пахучих компонентов химических растворов

Испытание проводят независимо для каждого пахучего компонента химического вещества.

Подготавливают пахучий компонент химических растворов раздельно следующим образом.

[1)] Parafilm представляет собой пример подходящего коммерчески доступного продукта. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является одобрением этого продукта со стороны Международной организации по стандартизации (ИСО).

7.3.3.1 Индол

Растворяют 20 г реактива индола (4.2) в 1 дм^3 этанола (4.7).

7.3.3.2 Изовалериановая кислота

Растворяют 20 г реактива изовалериановой кислоты (4.3) в 1 дм^3 этанола (4.7).

7.3.3.3 Ноненал

Растворяют 20 г реактива ноненала (4.4) в 1 дм^3 этанола (4.7).

7.3.4 Испытание с образцом

7.3.4.1 Подготовка образца для испытания

Для испытания одного химического вещества берут три образца из пробы размером или массой , как указано в таблице 1.

7.3.4.2 Размещение образца для испытания

Каждый образец раскладывают на дне конической колбы (5.1).

7.3.4.3 Очистка азотом

Выдувают воздух из конической колбы с использованием 1000 см^3 газообразного азота.

Герметизируют горло конической колбы с использованием герметизирующей пленки (5.2).

7.3.4.4 Введение испытуемого химического раствора пахучего компонента

Вводят 5 мм^3 химического раствора пахучего компонента, подготовленного по 7.3.3.1, 7.3.3.2 или 7.3.3.3, используя инжекционный шприц (5.4), через герметизирующую пленку и впрыскивают испытуемый раствор в коническую колбу у ее верхнего края, избегая контакта с образцом для испытания.

7.3.4.5 Герметизация отверстия, проделанного микрошприцем

Герметизируют отверстие, проделанное микрошприцем, с помощью герметизирующей пленки (5.2), накладываемой поверх исходной герметизирующей пленки.

7.3.4.6 Время контакта

Оставляют коническую колбу в покое на 2 ч, не встряхивая и не перемешивая газовую смесь.

7.3.5 Испытание без образца

Исключая образец, испытания повторяют по 7.3.4.2—7.3.4.6.

7.3.6 Отбор испытуемого газа

7.3.6.1 После двухчасового контакта захватывают коническую колбу за входную часть и энергично встряхивают ее и колбу без образца приблизительно 20 раз в течение 20 с.

7.3.6.2 Вводят газонепроницаемый шприц (5.5) вертикально в центр герметизирующей пленки на входном отверстии конической колбы и углубляют иглу шприца приблизительно на 4 см внутрь конической колбы.

7.3.6.3 Отсасывают газонепроницаемым шприцем газ из внутреннего объема конической колбы.

Количество отобранного газа зависит от модели используемой газохроматографической аппаратуры.

Примечание — Если газонепроницаемый шприц используют повторно, рекомендуется несколько раз прокачивать шприц (наполнять и выпускать содержимое), чтобы избежать влияния газов, остающихся в шприце.

7.4 Способ В

7.4.1 Подготовка виал

7.4.1.1 Подготавливают шесть инжекционных виал (5.3) вместимостью 22 см^3, из которых три виалы используют для испытаний с образцом и три — для контрольного испытания без образца.

7.4.1.2 Проводят очистку виал с использованием газообразного азота (4.5) или очищают пятикратным объемом воздуха в виале.

7.4.2 Подготовка уксусной кислоты и раствора NaCl

Приготавливают растворы уксусной кислоты и NaCl путем добавления к 1 дм^3 воды соответственно 1 г уксусной кислоты (4.1) и 9 г NaCl (4.6).

7.4.3 Подготовка образца для испытания

Из пробы для одного испытания отбирают три образца и каждый из них скручивают.

7.4.4 Испытание с образцом

7.4.4.1 Размещение образца

Помещают каждый скрученный образец вертикально в три инжекционные виалы и герметизируют их резиновыми пробками и алюминиевыми крышками (5.8).

7.4.4.2 Внесение растворов уксусной кислоты и NaCl

Отбирают инжекционным шприцем для каждого испытания 850 мм^3 растворов уксусной кислоты и NaCl и впрыскивают непосредственно на ткань в три виалы с образцом через резиновые пробки (5.8), используя инжекционный шприц (5.5).

7.4.4.3 Время контактирования

Располагают шесть виал, чередуя их по одной виале с образцом для испытания и одной виале без образца.

Помещают их в нагревательную печь при температуре (80 ± 2) °С на (30 ± 3) мин.

7.4.5 Испытание без образца

Исключая образец, испытание повторяют по 7.4.4.1 — 7.4.4.3.

7.4.6 Отбор пахучего испытуемого газа

По истечении времени контактирования, используя инжекционный шприц (5.5), берут 1 см^3 пахучего испытуемого газа из каждой виалы с образцом или без него.

7.5 Измерение концентрации испытуемого газа с использованием ГХ

7.5.1 Общие положения

Испытуемый газ, полученный по 7.3.5 или 7.4.6, впрыскивают в колонку газового хроматографа и детектируют концентрацию пахучего компонента химического вещества с помощью водородного ПИД. Площадь пика спектра ПИД интерпретируют как величину, пропорциональную химической концентрации испытуемого газа.

7.5.2 Площадь пика ПИД-спектра испытуемого газа с образцом для испытания

Измеряют площадь пика ПИД-спектра для трех испытуемых газов с образцом для испытания методом ГХ и получают среднее значение S_m.

7.5.3 Концентрация испытуемого газа без образца для испытания

Измеряют площадь пика ПИД-спектра для трех испытуемых газов без образцов для испытания методом ГХ и получают среднее значение S_b.

8 Расчет степени уменьшения запаха

Рассчитывают степень уменьшения запаха СУЗ, %, в соответствии с формулой

$$\text{СУЗ} = \frac{(S_b - S_m)}{S_b} 100, \quad (1)$$

где S_m — средняя площадь пика ПИД-спектра испытуемого газа с образцом для испытания;

S_b — средняя площадь пика ПИД-спектра испытуемого газа без образца для испытания.

Приложение А
(справочное)

ГХ-параметры

Капиллярная колонка	B-5 [Agilent J&W[1)]], длина — 30 м, внутренний диаметр — 0,53 мм.
Толщина пленки	1,0 мкм.
Система впрыска	с разделением или без.
Температура инжектора	250 °С.
Газ-носитель	гелий.
Температурная программа	120 °С (постоянно для нонанала или индола), 70 °С (постоянно для изовалериановой кислоты).
Впрыскиваемый объем	1,0 $см^3$.
Детектирование	ПИД.

[1)] Agilent J&W является примером подходящего коммерчески доступного продукта. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является одобрением этого продукта со стороны Международной организации по стандартизации (ИСО).

Приложение В
(справочное)

Результаты межлабораторного испытания

В.1 Межлабораторное испытание

В.1.1 Общие положения

В таблицах В.1—В.4 представлены данные площади пика ПИД-спектра с образцом для испытания или без него (способ А) и рассчитанные степени уменьшения запаха (СУЗ) в процентах.

Таблица В.1 — Площадь пика испытуемого газа изовалериановой кислоты без образца для испытания

Испытательная лаборатория	Площадь пика без образца для испытания				
	$n = 1$	$n = 2$	$n = 3$	Среднее значение S_b	Стандартное отклонение
A	72126	71236	72879	72080	822
B	104694	119187	96260	106714	11596
C	46951	52161	—	49556	3684
D	528459	403396	415600	449152	68953
E	6874	6954	9363	7730	1414
F	70420	61609	50627	60885	9916

Таблица В.2 — Площадь пика испытуемого газа изовалериановой кислоты с образцом для испытания В-1 и СУЗ (%)

Испытательная лаборатория	С образцом для испытания В-1					
	Площадь пика					СУЗ, %
	$n = 1$	$n = 2$	$n = 3$	Среднее значение S_m	Стандартное отклонение	
A	40091	38270	—	39181	1288	45,6
B	59738	60480	57467	59228	1570	44,5
C	37806	34122	—	35964	2605	27,4
D	317345	233397	314013	288252	47535	35,8
E	4692	5093	4690	4825	232	37,6
F	29759	47152	42656	39856	9028	34,5
Среднее значение						37,6 %
Стандартное отклонение						6,8 %

Таблица В.3 — Площадь пика испытуемого газа изовалериановой кислоты с образцом для испытания В-2 и СУЗ (%)

Испытательная лаборатория	С образцом для испытания В-2					
	Площадь пика					СУЗ,%
	$n = 1$	$n = 2$	$n = 3$	Среднее значение S_m	Стандартное отклонение	
A	18678	17753	—	18216	654	74,7
B	21760	25134	22624	23173	1753	78,3

Окончание таблицы В.3

Испытательная лаборатория	С образцом для испытания В-2					
	Площадь пика					СУЗ,%
	$n = 1$	$n = 2$	$n = 3$	Среднее значение S_m	Стандартное отклонение	
C	13526	14639	—	14083	787	71,6
D	131928	148631	149447	143335	9887	68,1
E	2658	1946	2482	2362	371	69,4
F	15049	8942	13214	12402	3133	79,6
Среднее значение						73,6 %
Стандартное отклонение						4,7 %

Таблица В.4 — Площадь пика испытуемого газа изовалериановой кислоты с образцом для испытания В-3 и СУЗ (%)

Испытательная лаборатория	С образцом для испытания В-3					
	Площадь пика					СУЗ, %
	$n = 1$	$n = 2$	$n = 3$	Среднее значение S_m	Стандартное отклонение	
A	5415	4888	—	5152	373	92,9
B	12554	9859	12093	11502	1441	89,2
C	6020	4757	—	5389	893	89,1
D	77878	71864	70236	73326	4025	83,7
E	675	1067	673	805	227	89,6
F	6014	6761	8039	6938	1024	88,6
Среднее значение						88,8 %
Стандартное отклонение						3,0 %

В.1.2 Образцы

Тканое полиэфирное полотно:

- В-1 — обработано газом с низкой концентрацией дезодорирующего вещества;
- В-2 — обработано газом со средней концентрацией дезодорирующего вещества;
- В-3 — обработано газом с высокой концентрацией дезодорирующего вещества.

В.1.3 Испытуемые пахучие химические газы:

- изовалериановая кислота;
- ноненал.

В.2 Результат испытания

В.2.1 Изовалериановая кислота

В.2.1.1 Площадь пика ПИД-спектра испытуемого газа без образца для испытания.

В.2.1.2 Площадь пика ПИД-спектра испытуемого газа с образцом для испытания В-1 и СУЗ в процентах.

СУЗ (%) представляет собой степень уменьшения запаха, которую рассчитали с использованием данных таблиц В.1, В.2, В.3 и В.4.

В.2.2 Ноненал

В.2.2.1 Площадь пика ПИД-спектра испытуемого газа без образца для испытания

Таблица В.5 — Площадь пика испытуемого газа нонанала без образца для испытания

Испытательная лаборатория	Площадь пика без образца для испытания				
	$n = 1$	$n = 2$	$n = 3$	Среднее значение S_b	Стандартное отклонение
A	126192	140473	139504	135390	7980
B	62654	60752	64023	62476	1643
C	17313	18097	18961	18124	824
D	123996	132853	132963	129937	5146
E	40412	43557	29935	37968	7132
F	67373	64031	86967	72790	12391

В.2.2.2 Площадь пика ПИД-спектра испытуемого газа с образцами для испытания

Таблица В.6 — Площадь пика испытуемого газа нонанала с образцом для испытания В-1 и СУЗ (%)

Испытательная лаборатория	С образцом для испытания В-1					
	Площадь пика					СУЗ,%
	$n = 1$	$n = 2$	$n = 3$	Среднее значение S_m	Стандартное отклонение	
A	56752	59570	53820	56714	2875	58,1
B	21307	20539	22646	21497	1066	65,6
C	6759	6550	6514	6608	132	63,5
D	58474	57387	56127	57329	1175	55,9
E	15651	13074	14093	14273	1298	62,4
F	31801	26290	23649	27247	4159	62,6
Среднее значение						61,3 %
Стандартное отклонение						3,6 %

Таблица В.7 — Площадь пика испытуемого газа нонанала с образцом для испытания В-2 и СУЗ (%)

Испытательная лаборатория	С образцом для испытания В-2					
	Площадь пика					СУЗ,%
	$n = 1$	$n = 2$	$n = 3$	Среднее значение S_m	Стандартное отклонение	
A	24321	29846	21600	25256	4202	81,3
B	8541	7009	7227	7592	829	87,8
C	3008	2805	3282	3032	239	83,3
D	30509	34059	32601	32390	1784	75,1
E	7450	7534	6729	7238	443	80,9
F	15490	12710	11020	13073	2257	82,0
Среднее значение						81,7 %
Стандартное отклонение						4,1 %

Таблица В.8 — Площадь пика испытуемого газа нонеанала с образцом для испытания В-3 и СУЗ (%)

Испытательная лаборатория	С образцом для испытания В-3					
	Площадь пика					СУЗ,%
	$n = 1$	$n = 2$	$n = 3$	Среднее значение S_m	Стандартное отклонение	
A	9095	12776	9392	10421	2045	92,3
B	3870	3875	3572	3772	174	94,0
C	1511	1411	1369	1430	73	92,1
D	14974	14057	13896	14309	582	89,0
E	2781	2264	2378	2474	272	93,5
F	8248	6383	7135	7255	938	90,0
Среднее значение						91,8 %
Стандартное отклонение						2,0 %

В.2.3 Сводка результатов испытаний

Таблица В.9 — Сводка результатов испытаний

Проба	Идентификационный код	В-1	В-2	В-3
	Концентрация используемого дезодоранта	Низкая	Средняя	Высокая
Изовалериановая кислота	СУЗ, %	37, 6	73,6	88,8
	Стандартное отклонение, %	6,8	4,7	3,0
Нонеанал	СУЗ, %	61,3	81,7	91,8
	Стандартное отклонение, %	3,6	4,1	2,0

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным и межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ISO 139	IDT	ГОСТ Р ИСО 139—2007/ИСО 139:2005 «Изделия текстильные. Стандартные атмосферные условия для кондиционирования и проведения испытаний»
ISO 3696	MOD	ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия»

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:
- IDT — идентичные стандарты;
- MOD — модифицированные стандарты.

УДК 677.016:006.354 ОКС 59.080.01

Ключевые слова: текстильные материалы, дезодорирующие свойства, определение, метод, газовая хроматография, образец, способы подготовки, проведение испытания, результат, протокол

БЗ 6—2017/93

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 11.05.2017. Подписано в печать 17.05.2017. Формат 60×84 $^{1}/_{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л 1.86. Уч.-изд. л. 1,68. Тираж 26 экз. Зак. 814.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru