ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

Тоқыма
ФОРМАЛЬДЕГИД ҚҰРАМЫН АНЫҚТАУ
2-бөлім
Бос формальдегид
(бумен сіңіру әдісі)

Текстиль
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ФОРМАЛЬДЕГИДА
Часть 2
Свободный формальдегид
(метод поглощения паром)

ҚР СТ ИСО 14184-2-2009
ISO 14184.2: 1998 Textiles – determination of formaldehyde
Part 2: released formaldehyde (vapour absorption method), IDT

Ресми басылым

Қазақстан республикасы Индустрия және сауда министрлігі
Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

Тоқыма

ФОРМАЛЬДЕГИД ҚҰРАМЫН АНЫҚТАУ

2-бөлім
Бос формальдегид
(бумен сіңіру әдісі)

ҚР СТ ИСО 14184-2-2009
ISO 14184.2: 1998 Textiles – determination of formaldehyde
Part 2: released formaldehyde (vapour absorption method), IDT

Ресми басылым

Қазақстан республикасы Индустрия және сауда министрлігі
Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)

Астана

Алғысөз

1 Техникалық реттеу және метрология комитетінің «Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты» Республикалық мемлекеттік кәсіпорны және ТК 73 «Жеңіл өнеркәсіп өнімі» стандарттау жөніндегі техникалық комитеті **ДАЙЫНДАП ЕНГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті төрағасының 2009 жылғы 25 қарашадағы № 582-од бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛДІ**

3 Осы стандарт ISO 14184.2:1998 Textiles – determination of formaldehyde Part 2: Released formaldehyde (vapour absorption method) (ИСО 14184.2:1998 Тоқыма. Формальдегид құрамын анықтау. 2-бөлім. Бос формальдегид (бумен сіңіру әдісі) халықаралық стандартымен бірдей. Халықаралық стандартты CEN/TC 248 «Тоқыма және тоқыма өнімдері» техникалық комитеті әзірледі, оның хатшылық жұмысын Британ стандарттар институты (BSI) ИСО/ТК 38 «Тоқыма» техникалық комитетімен бірлесіп жүргізеді.

Ағылшын тілінен аударманы (en) «Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты» Республикалық мемлекеттік кәсіпорны орындады.

Сәйкестік дәрежесі – бірдей (IDT)

4 Осы стандартта Қазақстан Республикасы «Техникалық реттеу туралы» 2004 жылғы 9 қарашадағы № 603-II, «Тұтынушылардың құқығын қорғау туралы» 1991 жылғы 5 маусымдағы № 640-XII Заңдарының, Қазақстан Республикасы Үкіметінің 2008 жылғы 8 қарашадағы № 1031 қаулысымен бекітілген «Жеңіл өнеркәсіп өнімдері қауіпсіздігіне қойылатын талаптар», Қазақстан Республикасы Үкіметінің 2008 жылғы 27 ақпандағы № 201 қаулысымен бекітілген «Балаларға арналған өнімдер мен бұйымдар қауіпсіздігіне қойылатын талаптар» техникалық регламенттердің нормалары іске асырылды:

5 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ **2014 жыл**
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ **5 жыл**

6 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандартқа енгізілетін өзгерістер туралы ақпарат «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар» ақпараттық көрсеткіштерінде, сондай-ақ өзгерістер мен түзетулер мәтіні ай сайын басылатын «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық көрсеткішінде жария етіледі. Осы стандартты қайта қарау (жою) немесе ауыстыру жағдайында, тиісті хабарлар ай сайын басылатын «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық көрсеткішінде жария етіледі.

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатынсыз ресми басылым ретінде толықтай және бөлшектеліп басылып шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды.

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

Тоқыма
ФОРМАЛЬДЕГИД ҚҰРАМЫН АНЫҚТАУ
2-бөлім. Бос формальдегид (бумен сіңіру әдісі)

Textiles – determination of formaldehyde Part 2: Released formaldehyde (vapour absorption method)

Енгізілген күні 2010-01-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт тоқыманы бумен сіңіру әдісімен сақтау кезінде бос формальдегид мөлшерін анықтау процедурасын белгілейді.

Осы әдіс 20 мг/кг-нан 3500 мг/кг дейін қоса алғанда құрамында бос формальдегид болатын материалдарға қолданылады. Құрамындағы формальдегидті 20 мг/кг кем болған кезде анықтау нәтижесі «табылмаған» сияқты қарастырылады.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты қолдану үшін мына сілтеме нормативтік құжаттар қажет:

ҚР СТ 1.9 Қазақстан Республикасының Техникалық реттеу жүйесі. Қазақстан Республикасында шет мемлекеттердің халықаралық, өңірлік және ұлттық стандарттарын, басқа да стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттарды қолдану тәртібі.

ИСО 3696-1987* Зертханалық талдауға арналған су. Техникалық шарттар мен сынау әдістері.

ЕСКЕРТПЕ Осы стандартты пайдалану кезінде үстіміздегі жылдың берілген «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар» көрсеткіші бойынша және үстіміздегі жылы жарияланған тиісті ақпараттық көрсеткіштер бойынша сілтеме құжаттардың қолданылуын тексеру керек. Егер сілтеме құжат ауыстырылса, (өзгертілсе), онда осы стандартты пайдаланған кезде ауыстырылған (өзгертілген) стандартты басшылыққа алу керек. Егер сілтеме құжат ауыстырусыз жойылса, онда оған сілтеме берілген ереже осы сілтемені қозғамайтын бөлікте қолданылады.

3 Принцип

Матаның өлшенген үлгісі мөр басылған өлшегіш құтыдағы су үстінде өлшенеді (бұдан әрі – ыдыс). Ыдыс белгілі бір уақыт аралығындағы температурасы бақыланатын инкубаторда орналастырылады. Бумен абсорбцияланған формальдегид мөлшері колориметрикалық әдіспен анықталады.

Ресми басылым

* ҚР СТ 1.9-2007 сәйкес қолданылады

4 Реактивтер

Барлық қолданылатын аналитикалық реактивтер сапалы болуға тиіс.

4.1 ИСО 3696 сәйкес келетін тазартылған су немесе 3-тазалық класты су

4.2 Ацетилацетон реактивтері (Нэш реактивтері).

150 г ацетат аммониумын 800 мл суға (4.1) ерітіп, 3 мл мұздай сірке қышқылын және 2 мл ацетилацетон қосады, сыйымдылығы 1000 мл өлшегіш құтыға құю және белгіге дейін сумен толтыру керек. Күңгірт бөтелкеде сақтаңыз.

ЕСКЕРТПЕ: Егер 12 сағаттан астам сақталса, онда ол қараяды. Осы себеп бойынша реактив пайдалану кезіне дейін кемінде 12 сағат сақталуға тиіс. Басқа тәсілмен дайындалған реактивтерді сақтауға рұқсат етіледі..Ерітінді сезгіштігі уақыт өте өзгеретіндіктен, стандарттық мәнінен ауытқуларды күн сайын белгілей отырып, калибрлеу қисықты құру керек. Балама ретінде В қосымшасында сипатталған хромотроп қышқылын қолданған әдіс пайдаланылуы мүмкін.

4.3 Құрамында формальдегид болатын ерітінді шамамен 37 % (W/V немесе W/W).

5 Жабдық

5.1 Газ өтпейтін тығыздағыш клапаны болатын сақтауға арналған (0,95 - 1,01) л шыны ыдыс (1-суретті қараңыз).

5.2 Кішкентай сым торлы себеттер немесе ыдыс ішіндегі су бетіндегі өлшеуге арналған басқа да сәйкес келетін құралдар.

Сым торлы себетке балама ретінде ортасынан екі рет бүгілген сынаққа арналған үлгіде жақша істеу үшін тігін жібінің екі еселік стренгін пайдаланыла алады. Екі еселік жіптің екі шеті ыдыстың жоғары бөлігіне апарылады және ыдыс клапанымен бекітіледі.

ЕСКЕРТПЕ Сақтауға арналған ыдыста үлгіні қондыру үшін жай тірегу мына түрде құрастырылуы мүмкін: 15,2 см × 14,0 см алюминий сымының тілімі, 3,8 $см^2$ ағаштың тілік маңайында бүгіледі және тік үшбұрыш, бос клетка болатындай етіп бекітіледі. Бір жағы бұрыштары бойынша шамамен жартысына кесіледі, кесілген сектор ішіне қарай бүгіледі және белгіленеді. Осы бүгілген тіліктер сым себеттің түбін құрайды, басқа жақтары болса тірегу қызметін атқарады. Сондай-ақ тиісті бөліктерді өте немесе жанынан ирек қысқа сым тілігінің көмегімен бекітуге болады.

5.3 Термореле көмегімен реттелетін (49 ± 2) °С температуралы инкубатор.

5.4 Тығындалған өлшегіш құтылар, 50, 250, 500, 1000 мл.

5.5 5 мл-мен бөлінген көлемі 1, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 50 мл тамшуыр.

Ескертпе Дәлдігі осындай тамшуырлардың автоматты жүйелері қолмен басқаратын тамшуырлармен тең қолданылады.

5.6 Сыйымдылығы 10, 50 мл өлшеуір.

5.7 Фотоэлектрлік колориметр немесе спектрометр (толқын ұзындығы 412 нм).

5.8 Сынауықтар немесе колориметрикалық сынауықтар немесе спектрофотометрикалық сынауықтар.

5.9 (40 ± 2) °С температуралы су моншасы.

5.10 20 °С - 50 °С температурада өлшенетін ауқымды және бөлу бағамы 0,1 °С болатын термометр.

5.11 Өлшеу ауқымы кемінде 60 мин және шкаланың бөлу бағамы 1 с болатын сағат.

5.12 Формальдегидтің анықталуы ± 0,2 мг дәлдікпен жүргізіледі.

6 Стандарттық ерітіндіні дайындау және калибрлеу

6.1 Стандарттық ерітіндіні дайындау (S1)

Шамамен 1500 мг/л формальдегидтің бастапқы ерітіндісін 3,8 мл формальдегид ерітіндісін (4.3) 1л суда еріте отырып дайындау керек. Формальдегид құрамын бастапқы ерітіндіде А қосымшасында қарастырылған стандарттық әдіспен анықтау керек.

Алынған ерітіндінің нақты концентрациясын тіркеу керек. Осы ерітіндіні төрт аптаға дейін сақтау және стандарттық ерітіндіні дайындау үшін дайындайды.

6.2 Тұтату

50 мл судағы 1 г сынақ үлгісі есебінен дайындалған сынақ үлгісіндегі эквивалентті концентрациялар стандарттық ерітіндідегіден қарағанда 50 есе аз формальдегид концентрациясы болуға тиіс.

6.2.1 Стандарттық ерітіндіні дайындау (S2)

Сыйымдылығы 200 мл су құйылған (4.1) өлшегіш құтыда 6.1 сәйкес дайындалған 10 мл титрленген стандарттық ерітінді (ішіндегі 1,5 мг/мл формальдегид) сұйылтылады. Осы ерітіндіде 75 мг/л формальдегид бар.

6.2.2 Калибрлеу ерітіндіні дайындау

Тиісті аталған құрамы бойынша кемінде бес ерітіндіні пайдалана отырып, сыйымдылығы 500 мл өлшегіш құтыда стандарттық ерітіндіні сумен сұйылтылып (4.1), калибрлеу ерітіндісін дайындау керек:

құрамында 0,15 мкг CH_2O/ мл = 7,5 мг/кг CH_2O бұйымға арналған 500 мл–іне 1 мл S2;
құрамында 0,30 мкг CH_2O/ мл = 15 мг/кг CH_2O бұйымға арналған 500 мл–іне 2 мл S2;
құрамында 0,75 мкг CH_2O/ мл = 37,5 мг/кг CH_2O бұйымға арналған 500 мл–іне 5 мл S2;
құрамында 1,50 мкг CH_2O/ мл = 75 мг/кг CH_2O бұйымға арналған 500 мл–іне 10 мл S2;
құрамында 2,25 мкг CH_2O/ мл = 112,5 мг/кг CH_2O бұйымға арналған 500 мл–іне 15 мл S2;
құрамында 3,00 мкг CH_2O/ мл = 150 мг/кг CH_2O бұйымға арналған 500 мл–іне 20 мл S2;
құрамында 4,50 мкг CH_2O/ мл = 225 мг/кг CH_2O бұйымға арналған 500 мл–іне 30 мл S2;
құрамында 6,00 мкг CH_2O/ мл = 300 мг/кг CH_2O бұйымға арналған 500 мл–іне 40 мл S2;

Бірінші реттік регрессия қисығын формула бойынша есептеу керек:

$$y = a + bx. \qquad (1)$$

Осы регрессия қисығы барлық өлшемдер үшін қолданылады. Егер сынақ үлгісінде 500 мг/кг артық формальдегид мөлшері бар болса, алынған ерітіндіні сұйылту керек.

ЕСКЕРТПЕ Осындай екілік тұтату тоқыма бақылау үлгілерінде болатын калибрлеу ерітіндісіндегі формальдегид концентрациясы болуы үшін керек. Егер тоқымада 20 мг/кг формальдегид бар болса, онда 50 мл сумен шайғындалған тоқыма үлгісінде 20 мкг формальдегид болады, осыдан 1,0 мл стандарттық ерітіндіде 0,4 мкг формальдегид бар.

7 Сынаққа арналған үлгілер

Кондицияға түспеген сынақ үлгісі кондициялаумен үйлесудегі ылғалдығы сынақ үлгісі құрамындағы өзгерістердің себебі болуы мүмкін. Сынақ жүргізгенге дейін үлгі контейнерде сақталады.

Тоқыманың сыналатын бірлігінен кемінде екі үлгі кесіп, ұсақ тілімге кесіп, ± 10 мг дәлдікпен шамамен 1 г бөлшек өлшеу керек.

ЕСКЕРТПЕ Үлгіні алюминий фольгаға оралған полиэтилен пакеттерде сақтауға болады. Бұл үздіксіз сақтау кезінде пакет қуысы арқылы өте алатын формальдегидпен байланысты. Бұдан басқа бұйымда болуы мүмкін ластаушы немесе басқа да заттар байланыссыз контакт болған кезде фольгаға әсер ете алады.

8 Процедура

50 мл суды (4.1) әр өлшемді ыдыс түбіне құю керек. Тор, сым себет немесе басқа да құралдарды (5.2) пайдалана отырып, әр ыдыста су бетінде бір үлгіден ілу керек. Ыдысты жабып, температурасы (49 ± 2) °С инкубаторға (5.3) оларды 20 сағ ± 15 мин қою керек.

Ыдысты (30 ± 5) мин салқындату керек, содан кейін ыдыстан алып, себетке немесе басқа да пайдаланылатын құралдарға салу керек. Ыдысты тағы да тығындау керек және ыдыс қабырғасында пайда болған кез келген қою заттар араласатындай етіп сілку керек.

Сынауық (5.8) көлемі бойынша тиісті 5 мл ацетилацетонды және таза реактив дайындау үшін қосымша сынауыққа 5 мл ацетилацетонды тамшуырмен өлшеу керек. Ыдыстан алынған үлгілерден 5 мл ерітінді және таза реактив дайындау үшін пайдаланылатын сынауыққа 5 мл суды қосу керек.

Температурасы (40 ± 2) °С су моншасында сынауықтарды (30 ± 5) мин қою керек.

Тазартылған су (4.1) пайдаланылған ерітіндіні салыстыру ерітіндісі ретінде қолдана отырып, 415 нм толқын ұзындығы кезінде 10 мм сіңіру секциясында фотоэлектрлік колориметр немесе спектрометр (5.7) көмегімен сыналатын үлгі ерітіндісінің оптикалық тығыздығын салқындатып өлшеу керек.

Формальдегид мг/мл концентрациясының есептік мәнінің жатық осі бойынша, ерітіндінің берілген оптикалық тығыздығымен алынған тік ось бойынша бөле отырып, дайындалған калибрлеу қисығын пайдалана отырып, сынақ ерітіндісінде формальдегид (мг/мл-дегі) мөлшерін анықтау керек.

Сыналатын тоқыма 500 мг/кг артық бос формальдегид мәні бар болса немесе егер сынақ нәтижелері бойынша алынған мәндер 500 мг/кг көбірек болса, реактив және 5.5 сыналатын ерітінді қатынасы сақталған кезде калибрлеу қисық (сұйылту коэффициенті нәтижесінің есептелуі кезінде назарға алынуға тиіс) шегінде оптикалық тығыздық мәнін алу үшін экстракт сұйылту керек

ЕСКЕРТПЕ Біраз уақыт бойы сары түсті ерітіндіге тікелей күн сәулесі әсері оның өзгеруі себебі болуы мүмкін. Егер сынауықтағы ерітіндіні бояғаннан кейін сыналатын үлгіге әсер ете алатын факторлар болса, оның ішінде күшті күн сәулесі, абай болуы керек және формальдегидті жоқ материалдармен орап сынауықты қорғау керек.

9 Нәтижелерді есептеу және көрсету

Әрбір үлгі (F) мг/кг үшін бос формальдегид мөлшерін есептеу керек:

$$F = \frac{C \cdot 50}{W}, \qquad (2)$$

мұндағы С – калибрлеу қисығы бойынша анықталған ерітіндідегі формальдегид концентрациясы;

W – сынақ үлгісі салмағы, г;

50- құтыдағы судың көлемі, $см^3$.

Екі анықтаманың орташа арифметикалық мәні есептеледі.

Формальдегид құрамы 20 мг/кг кем болған кезде анықтама нәтижесі «табылмады» сияқты қарастырылады.

10 Сынақ хаттамасы

Сынақ хаттамасында мынадай ақпарат болуға тиіс:

а) осы стандарттың белгіленуі және бекітілген жылы;

б) сынаққа арналған үлгіні көрсететін күні және сынақты өткізу күні;

в) сынақ үлгілерін сипаттау және орау тәсілі;

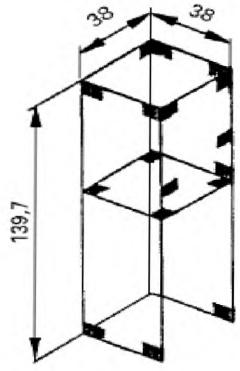
г) сынақ үлгілерінің салмағы және, егер қажет болған жағдайда, салмаққа арналған түзету коэффициенті;

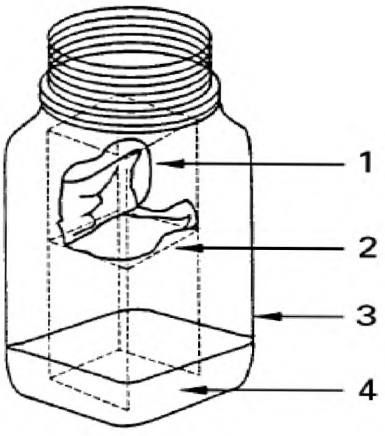
д) калибрлеу қисығы бойынша есептеу деректері;

е) 9-тармаққа сәйкес үлгіден алынған формальдегид құрамы;

ж) келісім немесе басқа да себептер бойынша процедуралардағы ауытқулар.

Барлық мәндер миллиметрмен көрсетілген





1 - Мата
2 - Себет
3 - Ыдыс
4 - Су

1-сурет – Оң жақта көрсетілген сияқты бір үлгі салынған жабық ыдыста ілінетін сым торлы себет (алюминий)

А қосымшасы
(міндетті)

Алғашқы ерітіндіде формальдегидті анықтауға қойылатын талаптар

А.1 Жалпы ережелер

Құрамында шамамен 1500 мг/мл формальдегид болатын алғашқы ерітінді колориметрикалық талдауларда пайдалануға арналған дәл калибрлеу қисығын алу үшін мұқият дайындалуға тиіс.

А.2 Принцип

Алғашқы ерітіндінің іріктелген сынамасы қышқыл ерітіндісімен сынақ ерітіндісін титрлеу арқылы туындайтын натрий сульфиты артығымен әсер етеді.

А.3 Құралдар

А.3.1 Сыйымдылығы 10 мл өлшегіш тамшуыр.
А.3.2 Сыйымдылығы 50 мл өлшегіш тамшуыр.
А.3.3 Сыйымдылығы 50 мл өлшеуір.
А.3.4 Сыйымдылығы 150 мл Эрленмейер құты.

А.4 Реактивтер

А.4.1 1л суға (4.1) 126 г сусыз Na_2SO_3 еріту кезінде алынған Na_2SO_3 = 1 моль/1 натрий сульфиты;
А.4.2 Тимолфталеин, 10 г/л этанолда.
А.4.3 Күкірт қышқылы, H_2SO_4 = 0,01 моль/л.
ЕСКЕРТПЕ Осы реактив дайын формада алынуы мүмкін немесе акустикалық сода ерітіндісін пайдаланып дайындалуға тиіс.

А.5 Процедура

А.5.1 50 мл натрий сульфитін (А.4.1) Эрленмейер құтына (А.3.4) тамшуырмен салады. Екі тамшы тимолфталеин индикаторын қосу керек (А.4.2). Бояу болған жағдайда көк түс жоғалғанға дейін күкірт қышқылының (А.4.3) бірнеше тамшысын қосу керек.
А.5.2 Формальдегидтің 10 мл бастапқы ерітіндісін (көк түс қайта шығады) тамшуырмен орналастырады. Көк түс шыққанға дейін күкірт қышқылы ерітіндісімен титрлеу керек. Қолданылатын күкірт қышқылы ерітіндісінің мәнін тіркеу керек.
1-ЕСКЕРТПЕ Күкірт қышқылы шамамен 25 мл болуға тиіс.
2-ЕСКЕРТПЕ Тимолфталеин орнына басқа қышқыл индикаторы пайдаланылуы мүмкін, осы жағдайда қышқыл мәні pH 9,5 жетуі мүмкін.
Екі анықтаманың орташа арифметикалық мәні есептелуі керек.

А.6 Есептеулер

0,01 моль/л күкірт қышқылының 1 мл формальдегидтің 0,6 мг теңеседі.
Алғашқы ерітіндідегі формальдегид құрамы (мг/мл-дегі) мына формуламен анықталады:

$$\frac{\text{Қолданылатын күкірт қышқылының көлемі (мл-дегі)} \times 0{,}6 \times 1000}{\text{Қолданылатын үлгі көлемі (мл-дегі)}} \qquad (А.1)$$

Формальдегид құрамының орташа мәнін есептеу және колориметрикалық талдау үшін калибрлеу қисығын құру кезінде оны пайдалану керек.

В қосымшасы
(ақпараттық)

Хромотроп қышқылы пайдаланылған балама процедура

В.1 Реактивтер

В.1.1 Таза су (4.1) пайдаланылып дайындалған және қажет болған жағдайда пайдаланар алдында сүзілген су ерітіндісі, 50 г/л, хромотроп қышқылы.

ЕСКЕРТПЕ Осы реактив формальдегидті анықтау үшін натрий тұзы ретінде пайдаланылады. Егер оның сапа төзімділігіне күмән туындаған жағдайда, онда әрбір жаңа сатып алынатын топтама үшін калибрлеу қисығы дайындалуға тиіс. 12 сағаттан артық сақталған ерітіндіні қолданбау керек.

В.1.2 Концентрацияланған күкірт қышқылы, (1,84 г/л тығыздығы).

В.1.3 Күкірт қышқылы, H_2SO_4 = 7,5 моль/л.

Күкірт қышқылын дайындау үшін 7,5 моль/л, концентрацияланған күкірт қышқылы пайдалануға арналған бір литрге дейін құйылған және салқындатылған суға қосылады (В.1.2) (750 г, 405 мл).

В.2 Процедура

Су ерітіндісінің 1,0 мл тең сынамасын су моншасына (8-тармқата сипатталған сияқты) құяды. Осы сынамаға кезекпен 50 г/л хромотроп қышқылы ерітіндісінің (В.1.1) 1,0 мл, 7,5 моль/л күкірт қышқылының 4,0 мл және 5,0 мл концентрацияланған күкірт қышқылын (В.1.2) қосады. Әрбір қоспадан кейін ішіндегісін мұқият араластыра отырып, кейінгі реактивті қосар алдында кемінде 2 мин күту керек.

Қайнаған су термостатта сынауықты тік ұстау, оның деңгейі (30 ± 1) мин бойы сынауық ерітіндісінің жоғары болуға тиіс. Салқындағаннан кейін ерітіндіні сыйымдылығы 50 мл өлшегіш құтыға белгіге дейін сумен апарып сілку керек. Құты ішіндегісін қоршаған орта температураға (18 ^{0}С-26 ^{0}С) дейін кемінде 1 сағ салқындату керек. Қажет болған жағдайда белгіге жету үшін тағы да су (4.1) қосу керек.

Спектрометр немесе колориметрді пайдалана отырып, 50 г/л хромотроп қышқылы ерітіндісінің (В.1.1) 1,0 мл, 7,5 моль/л күкірт қышқылының 4,0 мл және 5,0 мл концентрацияланған күкірт қышқылынан (В.1.2) дайындалған ерітіндіні пайдалана отырып, ерітіндіні салыстыру ерітіндісі ретінде қолдана отырып, сұйылтылған ерітіндісінің 570 нм толқын ұзындығы кезінде 10 мм сіңіру секциясындағы оптикалық тығыздықты өлшеу керек.

Оптикалық тығыздық 1,0 артатын жағдайда, 0,5 мл су қойып (4.1), бастапқы су ерітіндісінің 0,5 мл іріктелген сынамасын пайдалана отырып, колориметрикалық анықтаманы қайталау керек.

1-ЕСКЕРТПЕ Формальдегидтің жоғары концентрациясы кезінде оптикалық тығыздығы мен концентрация арасындағы қарым-қатынас сызықтық емес, ерітіндіде бояу пайда болуы мүмкін.

Осындай жағдайда 1,0 артық оптикалық тығыздық мәнін алу кезінде оптикалық тығыздықты өлшеу процедурасы ыдыстан алынған бақылау ерітіндісінің кіші сынамасымен қайталануға тиіс. Бақылау ерітіндісінің және судың (4.1) жалпы көлемі пайдаланатын судың (4.1) 1,0 мл болуға тиіс.

2-ЕСКЕРТПЕ Түс пайда болғаннан кейін алғашқы 4 сағатында оптикалық тығыздық мәндеріндегі өзгерістердің өзгермейтіні ескерілуі керек.

3-ЕСКЕРТПЕ Егер оптикалық тығыздық 0,1 төмен болса, процедура сезгіштігі ерітінді 50 мл дейін сұйылғанға дейін арттыруға болады және бөлме температурасына жету үшін және формальдегидтің сәйкес келетін қолданылатын төменгі калибрлеу қисығына жету үшін 1 сағатта ерітіндінің салқындауын қамтамасыз етеді.

4-ЕСКЕРТПЕ Боялған ерітіндіні сұйылту уақытында өлшегіш құты ішіндегісі мұқият араластырылуға тиіс, өйткені ерітіндінің басқа да қабаттары дұрыс емес нәтижелерге апарады.

Осы әдісті пайдалану кезінде формальдегид құрамын анықтау мақсатында калибрлеу қисығын дайындау үшін сыналатын үлгілер және стандарттық ерітінділер сынама үлгілерін өзгерту мүмкін.

5-ЕСКЕРТПЕ Хромотроп қышқылы әдісін қолдану кезінде күкірт қышқылы пайдаланатын кезден бастап техникалық персонал және спектрометрикалық жабдықты қорғау үшін мұқият болуға тиіс.

С қосымшасы
(ақпараттық)

Сынақ дәлдігі бойынша ақпарат

С.1 Дәлдік

ААТСС 112 әдісін пайдалана отырып зертханааралық салыстырулар (бұдан әрі - ILS) негізінде сипатталған әдіс сыналатын үлгілер және Нэш ерітіндісі үшін 5.5 тұтату коэффициентімен 49 ^{0}С температурасы кезінде 20 сағаттық инкубациямен өткізілді.

Әрбір қатысушы зертханада жеке оператор матаның әр түріне үш сынақтан өткізді. ILS бірінші кезеңінде 100 мкг/г - 400 мкг/г дейінгі шеңберде формальдегидтің төменгі құрамы кезінде бір және сол мата сыналатын тоғыз зертхана нәтижелері дисперсиялық талдауды пайдаланып тексерілуге тиіс. Екінші кезеңде ILS 0 мкг/г номиналды он мата сыналатын сегіз зертхана нәтижелері талдануға тиіс.

С.1 кестесінде көрсетілген формальдегидтің нольдік құрамы болатын маталар үшін және С.2 кестесінде көрсетілген формальдегид құрамы төмен болатын маталар үшін сыни айырмашылығы есептелуге тиіс.

Екі немесе одан көп зертханалар сынақ нәтижелерін салыстыру қажет болған жағдайда, зертхана арасында сынақ нәтижелерінің салыстыру басталғанға дейін олардың зертханалық деңгейі белгіленген болатын етіп ұсынылады.

Егер салыстырулар матадағы бос формальдегид құрамы бойынша зертхана арасында өткізілетін жағдайда, С.2 кестесінде келтірілген мәндердегі айырмашылықтарға назар аудару керек.

Егер салыстырулар белгілі бір ауқымдағы матадағы формальдегидтің құрамы бойынша зертхана арасында өткізілген болса, С.2 кестесінде келтірілген мәндердегі айырмашылықтарға назар аударуға тиіс.

С.1 кестесі – Нольдік мәні болатын формальдегидті анықтау нәтижелеріндегі айырмашылықтар

Ықтималдығы 95 % болғанда орташа мәндерге арналған нәтижелердегі айырмашылықтар (мкг/г)

Белгілі бір орташа сан	Зертхана ішінде	Зертхана арасындағы бір және сол мата түрлері	Зертхана арасындағы әр түрлі мата түрлері
1	7,7	12,0	13,8
2	5,5	10,6	12,7
3	4,5	10,2	12,3

С.2 кестесі – Төмен құрамды формальдегидті анықтау нәтижелеріндегі айырмашылықтар

Ықтималдығы 95 % болғанда орташа мәндерге арналған нәтижелердегі айырмашылықтар (мкг/г)

Белгілі бір орташа сан	Зертхана ішінде	Зертхана арасындағы бір және сол мата түрлері	Зертхана арасындағы әр түрлі мата түрлері
1	21,6	80,3	116,0

С.2 кестесі (жалғасы)

Белгілі бір орташа сан	Зертхана ішінде	Зертхана арасындағы бір және сол мата түрлері	Зертхана арасындағы әр түрлі мата түрлері
2	15,2	78,9	115,0
3	12,4	78,4	114,0

Зертханадағы сынақтың орташа мөлшері (белгілі бір орташа сан) сондай-ақ нәтижелердегі айырмашылықтарына әсер етеді.

С.2 Қателік

Матадағы бос формальдегид құрамын анықтау қателігі сынау әдісінде қарастырылуға тиіс. Ақиқат мәнді анықтауға арналған қатесіз әдіс болмайды. Осы әдіс сондай-ақ уақыт аралығында өзгеріссіз сақталатын матадағы бос формальдегид құрамын өлшеу қателігін қамтамасыз етпейді.

ӘОЖ 675.1.017.6(083.74)(476) **МСЖ 59.080 01; 59.080.030** **ЭҚТӨЖ 13.20**

Түйінді сөздер: калибрлеу қисығы, үлгі, оптикалық тығыздық, бос формальдегид



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Текстиль
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ФОРМАЛЬДЕГИДА

Часть 2
Свободный формальдегид
(метод поглощения паром)

СТ РК ИСО 14184-2-2009

ISO 14184.2: 1998 Textiles – determination of formaldehyde
Part 2: released formaldehyde (vapour absorption method), IDT

Издание официальное

Комитет по техническому регулированию и метрологии
Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан
(Госстандарт)

Астана

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» Комитета по техническому регулированию и метрологии и Техническим комитетом по стандартизации ТК 73 «Продукция легкой промышленности»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 25 ноября 2009года № 582од

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 14184.2:1998 Textiles – determination of formaldehyde Part 2: Released formaldehyde (vapour absorption method) (ИСО 14184.2:1998 Текстиль. Определение содержания формальдегида. Часть 2. Свободный формальдегид (метод поглощения паром).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом CEN/TC 248 "Текстиль и текстильная продукция", секретариат которого ведется Британским институтом стандартов (BSI) в сотрудничестве с Техническим Комитетом ИСО/ТК 38 "Текстиль".

Перевод с английского языка (en) выполнен РГП «Казахстанский институт стандартизации и сертификации».

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 В настоящем стандарте реализованы нормы Законов Республики Казахстан:

от 9 ноября 2004 года № 603-II «О техническом регулировании»

от 5 июня 1991 года № 640-XII «О защите прав потребителей».

и Технических регламентов:

«Требования к безопасности продукции легкой промышленности», утвержденного постановлением Правительства Республики Казахстан от 8 ноября 2008 года № 1031.

«Требования к безопасности продукции и изделий, предназначенных для детей», утвержденного постановлением Правительства Республики Казахстан от 27 февраля 2008 года № 201

5 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ **2014 год**
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ **5 лет**

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Нормативные документы по стандартизации Республики Казахстан», а текст изменений - в ежемесячных информационных указателях «Государственные стандарты». В случае пересмотра (отмены) или замены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Государственные стандарты»

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Текстиль
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ФОРМАЛЬДЕГИДА
Часть 2
Свободный формальдегид (метод поглощения паром)

Textiles – determination of formaldehyde Part 2: Released formaldehyde (vapour absorption method)

Дата введения 2010-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает процедуру определения количества свободного формальдегида при хранении текстиля методом поглощения паром.

Данный метод применяется к материалам с содержанием свободного формальдегида от 20 до 3500 мг/кг включительно. При содержании формальдегида менее 20 мг/кг, результат определения рассматривается как «не обнаружен».

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы:

СТ РК 1.9 Государственная система стандартизации Республики Казахстан. Порядок применения международных, региональных и национальных стандартов иностранных государств, других нормативных документов по стандартизации в Республике Казахстан.

ИСО 3696-1987* Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытаний.

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Нормативные документы по стандартизации» по состоянию на текущий год и соответствующим ежемесячно издаваемым указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Принцип

Взвешенный образец ткани подвешивается над водой в запечатанной мерной колбе (далее - сосуд). Сосуд помещается в инкубатор при контролируемой температуре на определенный промежуток времени. Количество формальдегида, абсорбированного паром, определяется колориметрическим методом.

Издание официальное

* применяется в соответствии с СТ РК 1.9-2007

4 Реактивы

Все применяемые аналитические реактивы должны быть качественными.

4.1 Дистиллированная вода или вода 3 класса чистоты, соответствующая ИСО 3696.

4.2 Реактив ацетилацетона (реактив Нэша).

Разбавить 150 г аммониума ацетата в 800 мл воды (4.1), добавить 3 мл ледяной уксусной кислоты и 2 мл ацетилацетона, перелить в мерную колбу, вместимостью 1000 мл, и долить до отметки водой (4.1). Хранить в темной бутылке.

ПРИМЕЧАНИЕ Если реактив хранится более 12 часов, то он темнеет. По этой причине реактив до момента использования должен храниться не более 12 часов. Допускается хранить реактив, приготовленный иным способом, до 6 недель. Так как чувствительность раствора меняется со временем, то следует построить калибровочную кривую, еженедельно отмечая отклонения от стандартных значений. В качестве альтернативы может быть использован метод с применением хромотропной кислоты, описанный в Приложении В.

4.3 Раствор, с содержанием формальдегида, приблизительно 37 % (W/V или W/W).

5 Оборудование

5.1 Стеклянные сосуды для хранения, (0,95 - 1,01) л с газонепроницаемыми уплотнительными клапанами (см. Рисунок 1).

5.2 Маленькие проволочные сетчатые корзины или другие подходящие средства для подвешивания испытательного образца над водой внутри сосуда.

В качестве альтернативы проволочным сетчатым корзинам, может использоваться двойная стренга нити для шитья, чтобы сделать скобу в образце для испытаний, которая должна быть дважды согнута пополам и подвешена над уровнем воды. Оба конца двойной нити набрасываются на верхнюю часть сосуда и надежно удерживаются клапаном сосуда.

ПРИМЕЧАНИЕ Простая опора для установки образца в сосуде для хранения может быть сконструирована следующим образом: кусочек алюминиевой проволоки 15,2 см × 14,0 см огибается вокруг отрезка дерева 3,8 $см^2$ и прикрепляется так, чтобы образовался прямоугольник, свободная клетка. Одна сторона обрезается по углам примерно наполовину, отрезанный сектор сгибается вовнутрь и фиксируется. Данный согнутый кусочек образует дно проволочной корзины, тогда как другие стороны служат опорой. Скрепить можно также с помощью волнистых коротких отрезков проволоки, насквозь или вокруг соответствующей части.

5.3 Инкубатор с температурой (49 ± 2) °С, регулируемый с помощью термореле.

5.4 Закупоренные мерные колбы, 50, 250, 500, 1000 мл.

5.5 Пипетки, объемом 1, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 50 мл, градуированные по 5 мл.

ПРИМЕЧАНИЕ Автоматическая система пипеток такой же точности может применяться наравне с ручными пипетками.

5.6 Бюретки, вместимостью 10, 50 мл.

5.7 Фотоэлектрический колориметр или спектрометр (длина волны 412 нм).

5.8 Пробирки или колориметрические пробирки, или спектрофотометрические пробирки.

5.9 Водяная баня, с температурой (40 ± 2) °С.

5.10 Термометр, с диапозоном измеряемых температур от 20 °С до 50 °С и ценой деления шкалы 0,1 °С.

5.11 Часы с диапазоном измерения не менее 60 мин и ценой деления шкалы 1 с.

5.12 Определение формальдегида проводится с точностью ± 0,2 мг.

6 Приготовление стандартного раствора и калибровка

6.1 Приготовление стандартного раствора (S1)

Приготовить приблизительно 1500 мг/л исходного раствора формальдегида, разбавляя 3,8 мл раствора формальдегида (4.3) в одном литре воды (4.1). Определить содержание формальдегида в исходном растворе стандартным методом, предусмотренным в Приложении А.

Зарегистрировать точную концентрацию полученного раствора. Данный раствор хранится до четырех недель и используется для приготовления стандартных растворов.

6.2 Разведение

Эквивалентные концентрации формальдегида в испытательном образце, приготовленном из расчета 1 г испытательного образца на 50 мл воды, должны содержать концентрацию формальдегида в 50 раз меньшую, чем в стандартном растворе.

6.2.1 Приготовление стандартного раствора (S2)

Разбавить 10 мл титрованного стандартного раствора (содержащего 1,5 мг/мл формальдегида), приготовленного в соответствии с 6.1, водой (4.1) в мерной колбе, вместимостью 200 мл. Данный раствор содержит 75 мг/л формальдегида.

6.2.2 Приготовление калибровочных растворов

Приготовить калибровочные растворы, разбавляя водой (4.1) стандартный раствор (S2) в мерной колбе, вместимостью 500 мл, используя не менее пяти растворов, по составу соответствующих указанным:

1 мл S2 к 500 мл, содержащий 0,15 мкг CH_2O/ мл = 7,5 мг/кг CH_2O на изделие;

2 мл S2 к 500 мл, содержащий 0,30 мкг CH_2O/ мл = 15 мг/кг CH_2O на изделие;

5 мл S2 к 500 мл, содержащий 0,75 мкг CH_2O/ мл = 37,5 мг/кг CH_2O на изделие;

10 мл S2 к 500 мл, содержащий 1,50 мкг CH_2O/ мл = 75 мг/кг CH_2O на изделие;

15 мл S2 к 500 мл, содержащий 2,25 мкг CH_2O/ мл = 112,5 мг/кг CH_2O на изделие;

20 мл S2 к 500 мл, содержащий 3,00 мкг CH_2O/ мл = 150 мг/кг CH_2O на изделие;

30 мл S2 к 500 мл, содержащий 4,50 мкг CH_2O/ мл = 225 мг/кг CH_2O на изделие;

40 мл S2 к 500 мл, содержащий 6,00 мкг CH_2O/ мл = 300 мг/кг CH_2O на изделие.

Вычислить первую порядковую кривую регрессии по формуле:

$$y = a + bx. \qquad (1)$$

Данная кривая регрессии будет применяться для всех измерений. Если испытательный образец содержит количество формальдегида более 500 мг/кг, необходимо разбавить полученные растворы.

ПРИМЕЧАНИЕ Такое двойное разведение необходимо, чтобы иметь ту же концентрацию формальдегида в калибровочных растворах, которая присутствует в контрольных образцах текстиля. Если текстиль содержит 20 мг/кг формальдегида, то 1,0 г образца текстиля, экстрагированного с 50 мл воды, будет содержать 20 мкг формальдегида, из чего следует, что 1,0 мл стандартного раствора содержит 0,4 мкг формальдегида.

7 Образцы для испытаний

Испытательный образец не подвергать кондиционированию, потому что влажность в сочетании с кондиционированием может быть причиной изменения в составе испытательного образца. До момента проведения испытания образец хранить в контейнере.

От испытываемой единицы текстиля отрезать не менее двух образцов, порезать на мелкие кусочки и взвесить приблизительно 1 г частиц с точностью ± 10 мг.

ПРИМЕЧАНИЕ Хранить образцы можно в полиэтиленовых пакетах завернутыми в алюминиевую фольгу. Это связано с тем, что при неправильном хранении формальдегид может проникнуть через поры пакета. Кроме того, загрязнители или другие вещества, которые могут быть на изделиях, могут реагировать на фольгу при наличии непосредственного контакта.

8 Процедура

Налить 50 мл воды (4.1) на дно сосуда каждого размера. Подвесить по одному образцу над водой в каждом сосуде, используя сетчатую, проволочную корзину или другие средства (5.2). Запечатать сосуды и поместить их в инкубатор (5.3) с температурой (49 ± 2)°С на 20 ч ± 15 мин. Извлечь и остудить сосуды в течение (30 ± 5) мин, затем извлечь из сосудов образцы в корзины, или другие используемые средства (5.2). Снова закупорить сосуды и встряхнуть их, чтобы смешать любые сгустки, образовавшиеся на стенках сосуда.

Отмерить пипеткой 5 мл ацетилацетона в соответствующую по объему пробирку (5.8), и 5 мл ацетилацетона в дополнительную пробирку для приготовления чистого реактива. Добавить 5 мл раствора из образцов, извлеченных из сосудов, и 5 мл воды (4.1) к пробирке, которая используется для приготовления чистого реактива.

Перемешать и поместить пробирки в водяную баню (5.8) с температурой (40 ± 2) °С на (30 ± 5) мин.

Остудить и измерить оптическую плотность раствора испытуемого образца с помощью фотоэлектрического колориметра или спектрометра (5.7) в 10 мм поглощающей секции при длине волны 415 нм, применяя в качестве раствора сравнения раствор с использованием дистиллированной воды (4.1).

Определить количество формальдегида (в мг/мл) в испытательном растворе, используя подготовленную калибровочную кривую, откладывая по горизонтальной оси расчетные значения концентрации формальдегида (мг/мл), а по вертикальной оси, полученные данные оптической плотности растворов.

Если известно, что испытываемый текстиль имеет значение свободного формальдегида более чем 500 мг/кг или, если полученные по результатам испытаний значения больше, чем 500 мг/кг, при соблюдения соотношения реактива и испытываемого раствора 5:5, необходимо разбавить экстракт, чтобы получить значения оптической плотности в пределах калибровочной кривой (коэффициент разбавления должен приниматься во внимание, когда осуществляется расчет результатов).

ПРИМЕЧАНИЕ Воздействие прямых солнечных лучей в течение некоторого времени на раствор желтого цвет может стать причиной его изменения. Если присутствуют факторы, которые могут оказать влияние на испытываемые образцы после окрашивания раствора в пробирках, в том числе сильный солнечный свет, нужно проявить осторожность и защитить пробирки, оборачивая их материалами, не содержащими формальдегид.

9 Расчет и представление результатов

Рассчитать количество свободного формальдегида для каждого образца (F), мг/кг, используя формулу:

$$F = \frac{C \cdot 50}{W}, \qquad (2)$$

где С - концентрация формальдегида в растворе (в мг/л), определенная по калибровочной кривой;

W - масса испытательного образца в г;

50 - объем воды в колбе, $см^3$.

Рассчитывается среднее арифметическое значение двух определений.

При содержании формальдегида менее 20 мг/кг, результат определения рассматривается как «не обнаружен».

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

а) обозначение и год утверждения настоящего стандарта;

б) дата представления образца на испытания и дата проведения испытания;

в) описание испытательных образцов и способ упаковки;

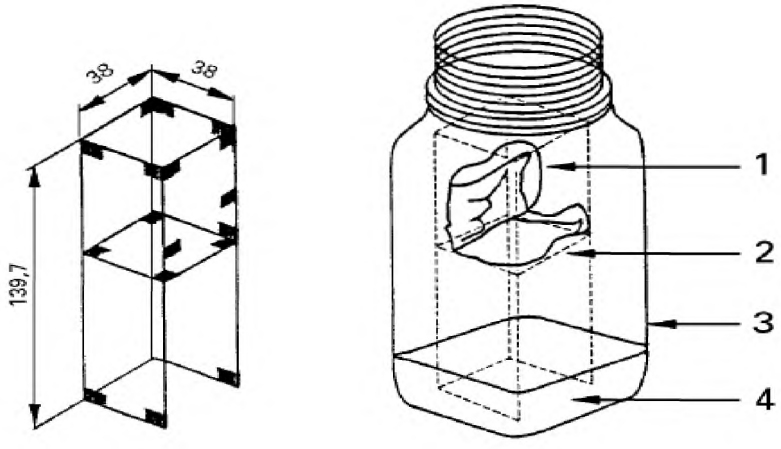
г) масса испытательных образцов и, если требуется, поправочный коэффициент для массы;

д) данные вычислений по калибровочной кривой;

е) содержание формальдегида, извлеченного из образца, в соответствии с Пунктом 9;

ж) отклонения в процедурах по согласованию или другим причинам.

Все значения указаны в миллиметрах



1 - Ткань
2 - Корзина
3 - Сосуд
4 - Вода

Рисунок 1 - Проволочная сетчатая корзина (алюминиевая), которая подвешивается в закрытый сосуд с одним образцом, как показано справа

Приложение А
(обязательное)

Требования к определению формальдегида в исходном растворе

А.1 Общие положения

Исходный раствор, содержащий приблизительно 1500 мг/мл формальдегида, должен быть тщательно приготовлен, чтобы получить точную калибровочную кривую для использования в колориметрических анализах.

А.2 Принцип

Отобранная проба исходного раствора реагирует с избытком сульфита натрия, образовавшегося путем титрования испытательного раствора с кислым раствором, при наличии тимолфталеина в качестве индикатора.

А.3 Приборы

А.3.1 Мерная пипетка, вместимостью 10 мл.

А.3.2 Мерная пипетка, вместимостью 50 мл.

А.3.3 Бюретка, вместимостью 50 мл.

А.3.4 Колба Эрленмейера, вместимостью 150 мл.

А.4 Реактивы

А.4.1 Сульфит натрия, Na_2SO_3 = 1 моль/1; полученный при растворении 126 г безводного Na_2SO_3 на литр воды (4.1).

А.4.2 Тимолфталеин, 10 г/л в этаноле.

А.4.3 Серная кислота, H_2SO_4 = 0,01 моль/л.

ПРИМЕЧАНИЕ Данный реактив может быть получен в готовой форме или должен быть приготовлен с использованием раствора каустической соды.

А.5 Процедура

А.5.1 Пипеткой поместить 50 мл сульфита натрия (А.4.1) в колбу Эрленмейера (А.3.4). Добавить две капли индикатора тимолфталеина (А.4.2). При наличии окраски, добавить несколько капель серной кислоты (А.4.3), пока не исчезнет голубой цвет.

А.5.2 Пипеткой поместить 10 мл исходного раствора формальдегида в колбу (голубой цвет появится снова). Титровать раствор с серной кислотой (А.4.3) до тех пор, пока голубой цвет не обесцветится. Зарегистрировать значение применяемого раствора серной кислоты.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Объем серной кислоты должен быть приблизительно 25 мл.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Вместо тимолфталеина может быть использован иной индикатор кислотности, в этом случае значение кислотности может достигнуть pH 9,5.

Рассчитать среднее арифметическое значение двух определений.

А.6 Расчеты

1 мл 0,01 моль/л серной кислоты равняется 0,6 мг формальдегида.

Содержание формальдегида в исходном растворе (в мг/мл) определяется из следующей формулы:

$$\frac{\textit{Объем применяемой серной кислоты}\,(\textit{в мл}) \times 0{,}6 \times 1000}{\textit{Объем применяемого образца}\,(\textit{в мл})} \qquad (А.1)$$

Вычислить среднее значение содержания формальдегида и использовать его при построении калибровочной кривой для колориметрических анализов.

Приложение В
(информационное)
Альтернативная процедура с использованием хромотропной кислоты

В.1 Реактивы

В.1.1 Хромотропная кислота, 50 г/л, водный раствор, приготовленный с использованием свежей воды (4.1), и, при необходимости, профильтрованной перед использованием.

ПРИМЕЧАНИЕ Данный реактив используется в качестве натриевой соли для определения формальдегида. Если возникнут сомнения в стабильности его качества, то должны быть подготовлены калибровочные кривые для каждой новой приобретенной партии. Необходимо отказаться от растворов, которые хранились более 12 часов.

В.1.2 Концентрированная серная кислота, (плотность 1,84 г/л).

В.1.3 Серная кислота, с H_2SO_4 = 7,5 моль/л.

Для приготовления серной кислоты 7,5 моль/л, концентрированная серная кислота (В.1.2) (750 г, 405 мл) добавляется к воде (4.1), охлажденной и долитой до одного литра (4.1) для использования.

В.2 Процедура

Переместить пробу, равную 1,0 мл водного раствора (как описано в Пункте 8), в водяную баню. К данной пробе по очереди добавить 4,0 мл 7,5 моль/л серной кислоты (В.1.3), 1,0 мл 50 г/л раствора хромотропной кислоты (В.1.1) и 5,0 мл концентрированной серной кислоты (В.1.2). Тщательно перемешивая содержимое после каждого добавления, ожидать, как минимум, 2 мин, прежде чем добавить следующий реактив.

Удерживать пробирку вертикально в кипящем водяном термостате, уровень которого должен быть выше уровня раствора в пробирке в течение (30 ± 1) мин. После охлаждения перенести раствор в мерную колбу, вместимостью 50 мл, довести ее до отметки водой (4.1) и встряхнуть. Дать колбе и ее содержимому остыть до температуры окружающей среды (18 ^{0}С-26 ^{0}С), в течение, как минимум, 1 ч. При необходимости, добавить еще воды (4.1), чтобы достичь отметки.

Используя спектрометр или колориметр, измерить оптическую плотность в 10 мм поглощающей секции при длине волны 570 нм разбавленного раствора, применяя в качестве раствора сравнения раствор с использованием раствора, приготовленного из 1,0 мл воды (4.1), 4,0 мл 7,5 моль/л серной кислоты, 1,0 мл 50 г/л хромотропной кислоты (В.1.1) и 5,0 мл концентрированной серной кислоты (В.1.2).

Если оптическая плотность превышает 1,0, повторите колориметрическое определение, используя 0,5 мл отобранной пробы исходного водного раствора, с добавлением 0,5 мл воды (4.1).

ПРИМЕЧАНИЕ 1 При высокой концентрации формальдегида, отношение между оптической плотностью и концентрацией нелинейное, и может проявиться окраска в растворе. В таком случае при получении значения оптической плотности более чем 1,0, процедура измерения оптической плотности должна повториться с меньшей пробой контрольного раствора, взятого из сосуда. Общий объем контрольного раствора и воды (4.1) должен быть 1,0 мл используемой воды (4.1).

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Следует помнить, что изменения в значениях оптической плотности в первые 4 часа после появления цвета могут не изменяться.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 Если оптическая плотность ниже 0,1, чувствительность процедуры может повыситься еще до того, как раствор будет разбавлен до 50 мл, и обеспечит охлаждение раствора за минимальный период в 1 час, чтобы достичь комнатной температуры и соответствующей применяемой низкой калибровочной кривой формальдегида.

ПРИМЕЧАНИЕ 4 Во время разбавления окрашенного раствора, содержимое мерной колбы должно тщательно перемешиваться, т.к. другие слои растворов могут привести к неверным результатам.

При использовании данного метода для подготовки калибровочной кривой с целью определения содержания формальдегида, может быть, необходимо изменить объем пробы испытываемых образцов и стандартных растворов.

ПРИМЕЧАНИЕ 5 С того момента, как используется серная кислота при применении метода хромотропной кислоты, должна соблюдаться осторожность, чтобы защитить технический персонал и спектрометрическое оборудование.

Приложение С
(информационное)

Информация по точности испытания

С.1 Точность

Межлабораторные сличения (далее - ILS) с применением метода AATCC 112, на котором основан описанный метод, проводились с 20 часовой инкубацией, при 49 ^{0}С и с коэффициентом разведения 5:5 для испытуемых образцов и раствора Нэша. Отдельный оператор в каждой участвующей лаборатории проводил по три испытания на ткани каждого вида. В первом этапе ILS результаты девяти лабораторий, испытывающих одну и ту же ткань при понижающемся содержании формальдегида, в рамках от 100 до 400 мкг/г, были проверены с использованием дисперсионного анализа. На втором этапе ILS были проанализированы результаты восьми лабораторий, испытывающих десять тканей с номиналом 0 мкг/г.

Была подсчитана критическая разность для тканей с нулевым содержанием формальдегида, показанным в Таблице С.1, и для тканей с низким содержанием формальдегида, показанным в Таблице С.2.

Когда две или более лаборатории пожелают сравнить результаты испытаний, рекомендуется, чтобы до начала сравнений результатов испытаний между лабораториями был установлен их лабораторный уровень.

Если сравнения проводятся между лабораториями по содержанию свободного формальдегида в тканях, должны приниматься во внимание различия в значениях, приведенные в Таблице С.2.

Если сравнения проводятся между лабораториями по содержанию формальдегида в тканях в определенном диапазоне, должны приниматься во внимание различия в значениях, приведенные в Таблице С.2.

Таблица С.1 - Различия в результатах определения формальдегида с нулевым значением

Различия в результатах для средних значений при 95 % вероятности (мкг/г)

Определенное среднее число	Внутри лаборатории	Один и тот же вид ткани между лабораториями	Различные виды ткани между лабораториями
1	7,7	12,0	13,8
2	5,5	10,6	12,7
3	4,5	10,2	12,3

Таблица С.2 - Различия в результатах определения формальдегида с низким содержанием

Различия в результатах для средних значений при 95 % вероятности (мкг/г).

Определенное среднее число	Внутри лаборатории	Один и тот же вид ткани между лабораториями	Различные виды ткани между лабораториями
1	21,6	80,3	116,0

Таблица С.2 (продолжение)

Определенное среднее число	Внутри лаборатории	Один и тот же вид ткани между лабораториями	Различные виды ткани между лабораториями
2	15,2	78,9	115,0
3	12,4	78,4	114,0

Среднее количество испытаний в лаборатории (Определенное среднее число, опр./ср.ч.) также влияет на расхождения в результатах.

С.2 Погрешность

Погрешность определения содержания свободного формальдегида в ткани должна быть предусмотрена методом испытаний. Не существует метода для определения истинного значения, без погрешности. Данный метод также не обеспечивает погрешность измерения содержания свободного формальдегида в ткани, которая сохраняется без изменения в течение времени.

УДК 675.1.017.6(083.74)(476) **МКС 59.080 01; 59.080.030** **КП ВЭД 13.20**

Ключевые слова: калибровочная кривая, образец, оптическая плотность, свободный формальдегид

Басуға _____ж. қол қойылды Пішімі 60х84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана. Тапсырыс ____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 240074



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Текстиль
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ФОРМАЛЬДЕГИДА

Часть 2
Свободный формальдегид
(метод поглощения паром)

СТ РК ИСО 14184-2-2009

ISO 14184.2: 1998 Textiles – determination of formaldehyde
Part 2: released formaldehyde (vapour absorption method), IDT

Издание официальное

Комитет по техническому регулированию и метрологии
Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан
(Госстандарт)

Астана

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» Комитета по техническому регулированию и метрологии и Техническим комитетом по стандартизации ТК 73 «Продукция легкой промышленности»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 25 ноября 2009года № 582од

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 14184.2:1998 Textiles – determination of formaldehyde Part 2: Released formaldehyde (vapour absorption method) (ИСО 14184.2:1998 Текстиль. Определение содержания формальдегида. Часть 2. Свободный формальдегид (метод поглощения паром).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом CEN/TC 248 "Текстиль и текстильная продукция", секретариат которого ведется Британским институтом стандартов (BSI) в сотрудничестве с Техническим Комитетом ИСО/ТК 38 "Текстиль".

Перевод с английского языка (en) выполнен РГП «Казахстанский институт стандартизации и сертификации».

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 В настоящем стандарте реализованы нормы Законов Республики Казахстан:

от 9 ноября 2004 года № 603-II «О техническом регулировании»

от 5 июня 1991 года № 640-XII «О защите прав потребителей».

и Технических регламентов:

«Требования к безопасности продукции легкой промышленности», утвержденного постановлением Правительства Республики Казахстан от 8 ноября 2008 года № 1031.

«Требования к безопасности продукции и изделий, предназначенных для детей», утвержденного постановлением Правительства Республики Казахстан от 27 февраля 2008 года № 201

5 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ **2014 год**
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ **5 лет**

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Нормативные документы по стандартизации Республики Казахстан», а текст изменений - в ежемесячных информационных указателях «Государственные стандарты». В случае пересмотра (отмены) или замены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Государственные стандарты»

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Текстиль
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ФОРМАЛЬДЕГИДА
Часть 2
Свободный формальдегид (метод поглощения паром)

Textiles – determination of formaldehyde Part 2: Released formaldehyde (vapour absorption method)

Дата введения 2010-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает процедуру определения количества свободного формальдегида при хранении текстиля методом поглощения паром.

Данный метод применяется к материалам с содержанием свободного формальдегида от 20 до 3500 мг/кг включительно. При содержании формальдегида менее 20 мг/кг, результат определения рассматривается как «не обнаружен».

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы:

СТ РК 1.9 Государственная система стандартизации Республики Казахстан. Порядок применения международных, региональных и национальных стандартов иностранных государств, других нормативных документов по стандартизации в Республике Казахстан.

ИСО 3696-1987* Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытаний.

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Нормативные документы по стандартизации» по состоянию на текущий год и соответствующим ежемесячно издаваемым указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Принцип

Взвешенный образец ткани подвешивается над водой в запечатанной мерной колбе (далее - сосуд). Сосуд помещается в инкубатор при контролируемой температуре на определенный промежуток времени. Количество формальдегида, абсорбированного паром, определяется колориметрическим методом.

Издание официальное

* применяется в соответствии с СТ РК 1.9-2007

4 Реактивы

Все применяемые аналитические реактивы должны быть качественными.

4.1 Дистиллированная вода или вода 3 класса чистоты, соответствующая ИСО 3696.

4.2 Реактив ацетилацетона (реактив Нэша).

Разбавить 150 г аммониума ацетата в 800 мл воды (4.1), добавить 3 мл ледяной уксусной кислоты и 2 мл ацетилацетона, перелить в мерную колбу, вместимостью 1000 мл, и долить до отметки водой (4.1). Хранить в темной бутылке.

ПРИМЕЧАНИЕ Если реактив хранится более 12 часов, то он темнеет. По этой причине реактив до момента использования должен храниться не более 12 часов. Допускается хранить реактив, приготовленный иным способом, до 6 недель. Так как чувствительность раствора меняется со временем, то следует построить калибровочную кривую, еженедельно отмечая отклонения от стандартных значений. В качестве альтернативы может быть использован метод с применением хромотропной кислоты, описанный в Приложении В.

4.3 Раствор, с содержанием формальдегида, приблизительно 37 % (W/V или W/W).

5 Оборудование

5.1 Стеклянные сосуды для хранения, (0,95 - 1,01) л с газонепроницаемыми уплотнительными клапанами (см. Рисунок 1).

5.2 Маленькие проволочные сетчатые корзины или другие подходящие средства для подвешивания испытательного образца над водой внутри сосуда.

В качестве альтернативы проволочным сетчатым корзинам, может использоваться двойная стренга нити для шитья, чтобы сделать скобу в образце для испытаний, которая должна быть дважды согнута пополам и подвешена над уровнем воды. Оба конца двойной нити набрасываются на верхнюю часть сосуда и надежно удерживаются клапаном сосуда.

ПРИМЕЧАНИЕ Простая опора для установки образца в сосуде для хранения может быть сконструирована следующим образом: кусочек алюминиевой проволоки 15,2 см × 14,0 см огибается вокруг отрезка дерева 3,8 $см^2$ и прикрепляется так, чтобы образовался прямоугольник, свободная клетка. Одна сторона обрезается по углам примерно наполовину, отрезанный сектор сгибается вовнутрь и фиксируется. Данный согнутый кусочек образует дно проволочной корзины, тогда как другие стороны служат опорой. Скрепить можно также с помощью волнистых коротких отрезков проволоки, насквозь или вокруг соответствующей части.

5.3 Инкубатор с температурой (49 ± 2) °С, регулируемый с помощью термореле.

5.4 Закупоренные мерные колбы, 50, 250, 500, 1000 мл.

5.5 Пипетки, объемом 1, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 50 мл, градуированные по 5 мл.

ПРИМЕЧАНИЕ Автоматическая система пипеток такой же точности может применяться наравне с ручными пипетками.

5.6 Бюретки, вместимостью 10, 50 мл.

5.7 Фотоэлектрический колориметр или спектрометр (длина волны 412 нм).

5.8 Пробирки или колориметрические пробирки, или спектрофотометрические пробирки.

5.9 Водяная баня, с температурой (40 ± 2) °С.

5.10 Термометр, с диапозоном измеряемых температур от 20 °С до 50 °С и ценой деления шкалы 0,1 °С.

5.11 Часы с диапазоном измерения не менее 60 мин и ценой деления шкалы 1 с.

5.12 Определение формальдегида проводится с точностью ± 0,2 мг.

6 Приготовление стандартного раствора и калибровка

6.1 Приготовление стандартного раствора (S1)

Приготовить приблизительно 1500 мг/л исходного раствора формальдегида, разбавляя 3,8 мл раствора формальдегида (4.3) в одном литре воды (4.1). Определить содержание формальдегида в исходном растворе стандартным методом, предусмотренным в Приложении А.

Зарегистрировать точную концентрацию полученного раствора. Данный раствор хранится до четырех недель и используется для приготовления стандартных растворов.

6.2 Разведение

Эквивалентные концентрации формальдегида в испытательном образце, приготовленном из расчета 1 г испытательного образца на 50 мл воды, должны содержать концентрацию формальдегида в 50 раз меньшую, чем в стандартном растворе.

6.2.1 Приготовление стандартного раствора (S2)

Разбавить 10 мл титрованного стандартного раствора (содержащего 1,5 мг/мл формальдегида), приготовленного в соответствии с 6.1, водой (4.1) в мерной колбе, вместимостью 200 мл. Данный раствор содержит 75 мг/л формальдегида.

6.2.2 Приготовление калибровочных растворов

Приготовить калибровочные растворы, разбавляя водой (4.1) стандартный раствор (S2) в мерной колбе, вместимостью 500 мл, используя не менее пяти растворов, по составу соответствующих указанным:

1 мл S2 к 500 мл, содержащий 0,15 мкг CH_2O/ мл = 7,5 мг/кг CH_2O на изделие;

2 мл S2 к 500 мл, содержащий 0,30 мкг CH_2O/ мл = 15 мг/кг CH_2O на изделие;

5 мл S2 к 500 мл, содержащий 0,75 мкг CH_2O/ мл = 37,5 мг/кг CH_2O на изделие;

10 мл S2 к 500 мл, содержащий 1,50 мкг CH_2O/ мл = 75 мг/кг CH_2O на изделие;

15 мл S2 к 500 мл, содержащий 2,25 мкг CH_2O/ мл = 112,5 мг/кг CH_2O на изделие;

20 мл S2 к 500 мл, содержащий 3,00 мкг CH_2O/ мл = 150 мг/кг CH_2O на изделие;

30 мл S2 к 500 мл, содержащий 4,50 мкг CH_2O/ мл = 225 мг/кг CH_2O на изделие;

40 мл S2 к 500 мл, содержащий 6,00 мкг CH_2O/ мл = 300 мг/кг CH_2O на изделие.

Вычислить первую порядковую кривую регрессии по формуле:

$$y = a + bx. \qquad (1)$$

Данная кривая регрессии будет применяться для всех измерений. Если испытательный образец содержит количество формальдегида более 500 мг/кг, необходимо разбавить полученные растворы.

ПРИМЕЧАНИЕ Такое двойное разведение необходимо, чтобы иметь ту же концентрацию формальдегида в калибровочных растворах, которая присутствует в контрольных образцах текстиля. Если текстиль содержит 20 мг/кг формальдегида, то 1,0 г образца текстиля, экстрагированного с 50 мл воды, будет содержать 20 мкг формальдегида, из чего следует, что 1,0 мл стандартного раствора содержит 0,4 мкг формальдегида.

7 Образцы для испытаний

Испытательный образец не подвергать кондиционированию, потому что влажность в сочетании с кондиционированием может быть причиной изменения в составе испытательного образца. До момента проведения испытания образец хранить в контейнере.

От испытываемой единицы текстиля отрезать не менее двух образцов, порезать на мелкие кусочки и взвесить приблизительно 1 г частиц с точностью ± 10 мг.

ПРИМЕЧАНИЕ Хранить образцы можно в полиэтиленовых пакетах завернутыми в алюминиевую фольгу. Это связано с тем, что при неправильном хранении формальдегид может проникнуть через поры пакета. Кроме того, загрязнители или другие вещества, которые могут быть на изделиях, могут реагировать на фольгу при наличии непосредственного контакта.

8 Процедура

Налить 50 мл воды (4.1) на дно сосуда каждого размера. Подвесить по одному образцу над водой в каждом сосуде, используя сетчатую, проволочную корзину или другие средства (5.2). Запечатать сосуды и поместить их в инкубатор (5.3) с температурой (49 ± 2)°С на 20 ч ± 15 мин. Извлечь и остудить сосуды в течение (30 ± 5) мин, затем извлечь из сосудов образцы в корзины, или другие используемые средства (5.2). Снова закупорить сосуды и встряхнуть их, чтобы смешать любые сгустки, образовавшиеся на стенках сосуда.

Отмерить пипеткой 5 мл ацетилацетона в соответствующую по объему пробирку (5.8), и 5 мл ацетилацетона в дополнительную пробирку для приготовления чистого реактива. Добавить 5 мл раствора из образцов, извлеченных из сосудов, и 5 мл воды (4.1) к пробирке, которая используется для приготовления чистого реактива.

Перемешать и поместить пробирки в водяную баню (5.8) с температурой (40 ± 2) °С на (30 ± 5) мин.

Остудить и измерить оптическую плотность раствора испытуемого образца с помощью фотоэлектрического колориметра или спектрометра (5.7) в 10 мм поглощающей секции при длине волны 415 нм, применяя в качестве раствора сравнения раствор с использованием дистиллированной воды (4.1).

Определить количество формальдегида (в мг/мл) в испытательном растворе, используя подготовленную калибровочную кривую, откладывая по горизонтальной оси расчетные значения концентрации формальдегида (мг/мл), а по вертикальной оси, полученные данные оптической плотности растворов.

Если известно, что испытываемый текстиль имеет значение свободного формальдегида более чем 500 мг/кг или, если полученные по результатам испытаний значения больше, чем 500 мг/кг, при соблюдения соотношения реактива и испытываемого раствора 5:5, необходимо разбавить экстракт, чтобы получить значения оптической плотности в пределах калибровочной кривой (коэффициент разбавления должен приниматься во внимание, когда осуществляется расчет результатов).

ПРИМЕЧАНИЕ Воздействие прямых солнечных лучей в течение некоторого времени на раствор желтого цвет может стать причиной его изменения. Если присутствуют факторы, которые могут оказать влияние на испытываемые образцы после окрашивания раствора в пробирках, в том числе сильный солнечный свет, нужно проявить осторожность и защитить пробирки, оборачивая их материалами, не содержащими формальдегид.

9 Расчет и представление результатов

Рассчитать количество свободного формальдегида для каждого образца (F), мг/кг, используя формулу:

$$F = \frac{C \cdot 50}{W}, \qquad (2)$$

где С - концентрация формальдегида в растворе (в мг/л), определенная по калибровочной кривой;

W - масса испытательного образца в г;

50 - объем воды в колбе, $см^3$.

Рассчитывается среднее арифметическое значение двух определений.

При содержании формальдегида менее 20 мг/кг, результат определения рассматривается как «не обнаружен».

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

а) обозначение и год утверждения настоящего стандарта;

б) дата представления образца на испытания и дата проведения испытания;

в) описание испытательных образцов и способ упаковки;

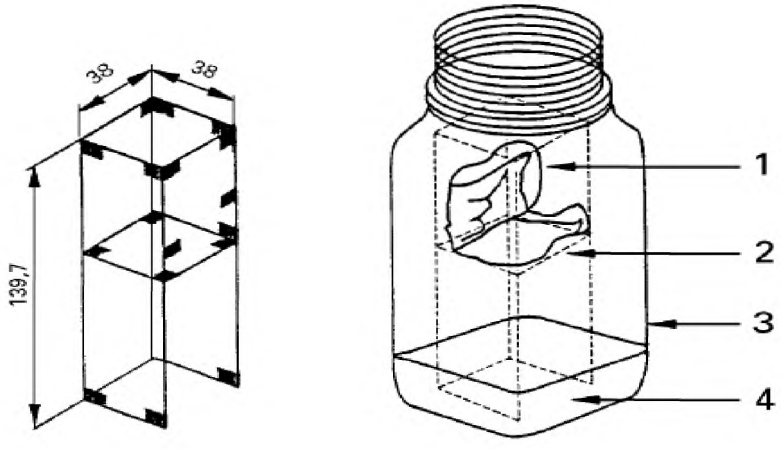
г) масса испытательных образцов и, если требуется, поправочный коэффициент для массы;

д) данные вычислений по калибровочной кривой;

е) содержание формальдегида, извлеченного из образца, в соответствии с Пунктом 9;

ж) отклонения в процедурах по согласованию или другим причинам.

Все значения указаны в миллиметрах



1 - Ткань
2 - Корзина
3 - Сосуд
4 - Вода

Рисунок 1 - Проволочная сетчатая корзина (алюминиевая), которая подвешивается в закрытый сосуд с одним образцом, как показано справа

Приложение А
(обязательное)

Требования к определению формальдегида в исходном растворе

А.1 Общие положения

Исходный раствор, содержащий приблизительно 1500 мг/мл формальдегида, должен быть тщательно приготовлен, чтобы получить точную калибровочную кривую для использования в колориметрических анализах.

А.2 Принцип

Отобранная проба исходного раствора реагирует с избытком сульфита натрия, образовавшегося путем титрования испытательного раствора с кислым раствором, при наличии тимолфталеина в качестве индикатора.

А.3 Приборы

А.3.1 Мерная пипетка, вместимостью 10 мл.

А.3.2 Мерная пипетка, вместимостью 50 мл.

А.3.3 Бюретка, вместимостью 50 мл.

А.3.4 Колба Эрленмейера, вместимостью 150 мл.

А.4 Реактивы

А.4.1 Сульфит натрия, Na_2SO_3 = 1 моль/1; полученный при растворении 126 г безводного Na_2SO_3 на литр воды (4.1).

А.4.2 Тимолфталеин, 10 г/л в этаноле.

А.4.3 Серная кислота, H_2SO_4 = 0,01 моль/л.

ПРИМЕЧАНИЕ Данный реактив может быть получен в готовой форме или должен быть приготовлен с использованием раствора каустической соды.

А.5 Процедура

А.5.1 Пипеткой поместить 50 мл сульфита натрия (А.4.1) в колбу Эрленмейера (А.3.4). Добавить две капли индикатора тимолфталеина (А.4.2). При наличии окраски, добавить несколько капель серной кислоты (А.4.3), пока не исчезнет голубой цвет.

А.5.2 Пипеткой поместить 10 мл исходного раствора формальдегида в колбу (голубой цвет появится снова). Титровать раствор с серной кислотой (А.4.3) до тех пор, пока голубой цвет не обесцветится. Зарегистрировать значение применяемого раствора серной кислоты.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Объем серной кислоты должен быть приблизительно 25 мл.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Вместо тимолфталеина может быть использован иной индикатор кислотности, в этом случае значение кислотности может достигнуть pH 9,5.

Рассчитать среднее арифметическое значение двух определений.

А.6 Расчеты

1 мл 0,01 моль/л серной кислоты равняется 0,6 мг формальдегида.

Содержание формальдегида в исходном растворе (в мг/мл) определяется из следующей формулы:

$$\frac{\textit{Объем применяемой серной кислоты}\,(\textit{в мл}) \times 0{,}6 \times 1000}{\textit{Объем применяемого образца}\,(\textit{в мл})} \qquad (А.1)$$

Вычислить среднее значение содержания формальдегида и использовать его при построении калибровочной кривой для колориметрических анализов.

Приложение В
(информационное)
Альтернативная процедура с использованием хромотропной кислоты

В.1 Реактивы

В.1.1 Хромотропная кислота, 50 г/л, водный раствор, приготовленный с использованием свежей воды (4.1), и, при необходимости, профильтрованной перед использованием.

ПРИМЕЧАНИЕ Данный реактив используется в качестве натриевой соли для определения формальдегида. Если возникнут сомнения в стабильности его качества, то должны быть подготовлены калибровочные кривые для каждой новой приобретенной партии. Необходимо отказаться от растворов, которые хранились более 12 часов.

В.1.2 Концентрированная серная кислота, (плотность 1,84 г/л).

В.1.3 Серная кислота, с H_2SO_4 = 7,5 моль/л.

Для приготовления серной кислоты 7,5 моль/л, концентрированная серная кислота (В.1.2) (750 г, 405 мл) добавляется к воде (4.1), охлажденной и долитой до одного литра (4.1) для использования.

В.2 Процедура

Переместить пробу, равную 1,0 мл водного раствора (как описано в Пункте 8), в водяную баню. К данной пробе по очереди добавить 4,0 мл 7,5 моль/л серной кислоты (В.1.3), 1,0 мл 50 г/л раствора хромотропной кислоты (В.1.1) и 5,0 мл концентрированной серной кислоты (В.1.2). Тщательно перемешивая содержимое после каждого добавления, ожидать, как минимум, 2 мин, прежде чем добавить следующий реактив.

Удерживать пробирку вертикально в кипящем водяном термостате, уровень которого должен быть выше уровня раствора в пробирке в течение (30 ± 1) мин. После охлаждения перенести раствор в мерную колбу, вместимостью 50 мл, довести ее до отметки водой (4.1) и встряхнуть. Дать колбе и ее содержимому остыть до температуры окружающей среды (18 ^{0}С-26 ^{0}С), в течение, как минимум, 1 ч. При необходимости, добавить еще воды (4.1), чтобы достичь отметки.

Используя спектрометр или колориметр, измерить оптическую плотность в 10 мм поглощающей секции при длине волны 570 нм разбавленного раствора, применяя в качестве раствора сравнения раствор с использованием раствора, приготовленного из 1,0 мл воды (4.1), 4,0 мл 7,5 моль/л серной кислоты, 1,0 мл 50 г/л хромотропной кислоты (В.1.1) и 5,0 мл концентрированной серной кислоты (В.1.2).

Если оптическая плотность превышает 1,0, повторите колориметрическое определение, используя 0,5 мл отобранной пробы исходного водного раствора, с добавлением 0,5 мл воды (4.1).

ПРИМЕЧАНИЕ 1 При высокой концентрации формальдегида, отношение между оптической плотностью и концентрацией нелинейное, и может проявиться окраска в растворе. В таком случае при получении значения оптической плотности более чем 1,0, процедура измерения оптической плотности должна повториться с меньшей пробой контрольного раствора, взятого из сосуда. Общий объем контрольного раствора и воды (4.1) должен быть 1,0 мл используемой воды (4.1).

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Следует помнить, что изменения в значениях оптической плотности в первые 4 часа после появления цвета могут не изменяться.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 Если оптическая плотность ниже 0,1, чувствительность процедуры может повыситься еще до того, как раствор будет разбавлен до 50 мл, и обеспечит охлаждение раствора за минимальный период в 1 час, чтобы достичь комнатной температуры и соответствующей применяемой низкой калибровочной кривой формальдегида.

ПРИМЕЧАНИЕ 4 Во время разбавления окрашенного раствора, содержимое мерной колбы должно тщательно перемешиваться, т.к. другие слои растворов могут привести к неверным результатам.

При использовании данного метода для подготовки калибровочной кривой с целью определения содержания формальдегида, может быть, необходимо изменить объем пробы испытываемых образцов и стандартных растворов.

ПРИМЕЧАНИЕ 5 С того момента, как используется серная кислота при применении метода хромотропной кислоты, должна соблюдаться осторожность, чтобы защитить технический персонал и спектрометрическое оборудование.

Приложение С
(информационное)

Информация по точности испытания

С.1 Точность

Межлабораторные сличения (далее - ILS) с применением метода AATCC 112, на котором основан описанный метод, проводились с 20 часовой инкубацией, при 49 ^{0}С и с коэффициентом разведения 5:5 для испытуемых образцов и раствора Нэша. Отдельный оператор в каждой участвующей лаборатории проводил по три испытания на ткани каждого вида. В первом этапе ILS результаты девяти лабораторий, испытывающих одну и ту же ткань при понижающемся содержании формальдегида, в рамках от 100 до 400 мкг/г, были проверены с использованием дисперсионного анализа. На втором этапе ILS были проанализированы результаты восьми лабораторий, испытывающих десять тканей с номиналом 0 мкг/г.

Была подсчитана критическая разность для тканей с нулевым содержанием формальдегида, показанным в Таблице С.1, и для тканей с низким содержанием формальдегида, показанным в Таблице С.2.

Когда две или более лаборатории пожелают сравнить результаты испытаний, рекомендуется, чтобы до начала сравнений результатов испытаний между лабораториями был установлен их лабораторный уровень.

Если сравнения проводятся между лабораториями по содержанию свободного формальдегида в тканях, должны приниматься во внимание различия в значениях, приведенные в Таблице С.2.

Если сравнения проводятся между лабораториями по содержанию формальдегида в тканях в определенном диапазоне, должны приниматься во внимание различия в значениях, приведенные в Таблице С.2.

Таблица С.1 - Различия в результатах определения формальдегида с нулевым значением

Различия в результатах для средних значений при 95 % вероятности (мкг/г)

Определенное среднее число	Внутри лаборатории	Один и тот же вид ткани между лабораториями	Различные виды ткани между лабораториями
1	7,7	12,0	13,8
2	5,5	10,6	12,7
3	4,5	10,2	12,3

Таблица С.2 - Различия в результатах определения формальдегида с низким содержанием

Различия в результатах для средних значений при 95 % вероятности (мкг/г).

Определенное среднее число	Внутри лаборатории	Один и тот же вид ткани между лабораториями	Различные виды ткани между лабораториями
1	21,6	80,3	116,0

Таблица С.2 (продолжение)

Определенное среднее число	Внутри лаборатории	Один и тот же вид ткани между лабораториями	Различные виды ткани между лабораториями
2	15,2	78,9	115,0
3	12,4	78,4	114,0

Среднее количество испытаний в лаборатории (Определенное среднее число, опр./ср.ч.) также влияет на расхождения в результатах.

С.2 Погрешность

Погрешность определения содержания свободного формальдегида в ткани должна быть предусмотрена методом испытаний. Не существует метода для определения истинного значения, без погрешности. Данный метод также не обеспечивает погрешность измерения содержания свободного формальдегида в ткани, которая сохраняется без изменения в течение времени.

УДК 675.1.017.6(083.74)(476) **МКС 59.080 01; 59.080.030** **КП ВЭД 13.20**

Ключевые слова: калибровочная кривая, образец, оптическая плотность, свободный формальдегид

Басуға _____ж. қол қойылды Пішімі 60х84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана. Тапсырыс ____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 240074

gost.e-ecolog.ru