ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

МАТЕРИАЛЫ ТЕКСТИЛЬНЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЯЗКОСТИ РАСТВОРОВ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ

ГОСТ 8837—83

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством легкой промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

В. И. Ходырев, канд. техн. наук; **Р. Д. Билялетдинова,** канд. техн. наук; **Н. Е. Гнездилов,** канд. техн. наук; **Ю. С. Даревский; С. Г. Бакуленко,** канд. техн. наук; **О. Н. Кривцова; Н. А. Солдаткина,** канд. техн. наук; **З. В. Павлова,** канд. техн.наук; **Н. А. Борис; Л. И. Захаркина** канд. хим. наук

ВНЕСЕН *Министерством легкой промышленности* СССР

Член Коллегии **Н. В. Хвальковский**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 12 декабря 1983 г. № 5822.

Редактор *Т И. Василенко*
Технический редактор *Н. П. Замолодчикова*
Корректор *А. Г. Старостин*

Сдано в наб 17 01 84 Под [illegible] 1,0 усл кр тт 0 95 уч изд л
[illegible] коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер , 3
Калужская типография стандартов, ул Московская 256 Зак 192

УДК 677.4:532.13:006.354 Группа М09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАТЕРИАЛЫ ТЕКСТИЛЬНЫЕ

Методы определения вязкости растворов целлюлозы

Textile fabrics.
Methods for determination of viscosity
of cellulose solutions

ГОСТ 8837—83

Взамен
ГОСТ 8837—58

ОКСТУ 8109, 8209, 8309, 9099

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 12 декабря 1983 г. № 5822 срок действия установлен

с 01.01.85
до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на текстильные материалы чистольняные, льняные, полульняные, хлопчатобумажные и смешанные и устанавливает методы определения удельной и динамической вязкости медно-аммиачных растворов целлюлозы.

Сущность методов заключается в определении степени разрушения целлюлозы хлопковых, льняных волокон, в том числе в смеси каждого из них с определенным содержанием вискозного и полиэфирного волокна на различных стадиях процесса отделки.

Стандарт не распространяется на текстильные материалы с отделкой синтетическими смолами.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Для проведения испытаний отбирают точечные пробы:

для тканей по ГОСТ 20566—75 со следующим дополнением: точечной пробой служит отрезок ткани длиной 4—5 см;

для тканей, содержащих в основе хлопчатобумажную пряжу, в утке — льняную, вязкость растворов целлюлозы определяют отдельно для основы и утка;

для пряжи по ГОСТ 6611.0—73 со следующим дополнением: от каждой отобранной единицы продукции отбирают точечные пробы по 2—3 г;

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1984

для льноволокна и ровницы по нормативно-технической документации по 2—3 г;

для хлопкового волокна по ГОСТ 3274.0—72 со следующим дополнением от каждой отобранной упаковочной единицы (кипы) отбирают точечные пробы по 2—3 г и освобождают от частиц коробочек и других примесей.

Точечные пробы текстильных материалов объединяют и получают объединенную пробу

2. ПОДГОТОВКА ПРОБ К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Объединенные пробы суровых и мерсеризованных в суровье текстильных материалов (волокна, ровницы, пряжи, ткани) до проведения анализа подвергают предварительной обработке в растворе, содержащем 5 г/дм^3 гидроокиси натрия, 1 г/дм^3 неионогенного смачивателя типа синтанол ДС-10 при модуле ванны 20:1 в течение 1 ч при кипении с обратным холодильником, с последующей промывкой горячей и холодной водой, раствором уксусной кислоты 3 г/дм^3 при температуре 20°С, при модуле ванны 10:1, промывкой холодной водой до нейтральной реакции и сушкой на воздухе.

2.2. Объединенные пробы текстильных материалов, аппретированных крахмальным аппретом, подвергают расшлихтовке при модуле ванны 10:1 с помощью ферментативного препарата:

панкреатина концентрацией 0,5 г/дм^3 в течение 30 мин при температуре 60 °С или амилосубтилина ГЗх—1 концентрацией 2 г/дм^3 в течение 2 ч при температуре 60 °С с добавлением хлористого натрия концентрацией 3 г/дм^3, с последующей промывкой горячей и холодной водой и сушкой на воздухе.

Объединенные пробы текстильных материалов, отобранные для испытаний, отваренные, отбеленные, мерсеризованные в отбеленном виде и т. п., не содержащие шлихты или аппрета, подвергают анализу без предварительной подготовки.

2.3. Объединенные пробы ткани, подвергнутой эксплуатации в естественных условиях, обрабатывают в процессе кипения мыльно-содовым раствором, содержащим 3 г/дм^3 кальцинированной соды и 0,5 г/дм^3 мыла в пересчете на жирную кислоту, в течение 20 мин при модуле ванны 20:1. Затем пробы промывают горячей и холодной водой и сушат на воздухе.

2.4. Объединенные пробы ткани, подвергнутой многократным стиркам в механической прачечной или лаборатории, предварительно обрабатывают раствором, содержащим 5 г/дм^3 уксусной кислоты в следующих условиях: продолжительность обработки 30 мин, температура 20 °С, модуль ванны 20:1. После обработки пробы промывают холодной водой и сушат на воздухе.

2.5. Воздушно-сухие объединенные пробы текстильных материалов, подготовленные по пп. 2.1—2.4, мелко нарезают до размера частиц 1—2 мм и выдерживают в эксикаторе над насыщенным раствором азотнокислого аммония с избытком соли не менее 4 ч.

Для текстильных материалов чистольняных, льняных и хлопчатобумажных и смеси их с полиэфирным волокном влажность после выдерживания в эксикаторе принимают равной 6 %, а для текстильных материалов, выработанных из смесей льняного или хлопкового волокна с вискозным волокном, влажность принимают равной 8 %.

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ УДЕЛЬНОЙ ВЯЗКОСТИ

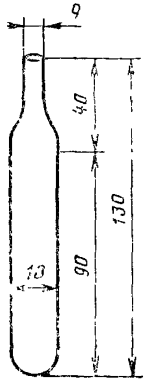
3.1. Отбор проб

От объединенных проб, подготовленных по п. 2.5, берут две элементарные пробы массой, рассчитанной для каждой ампулы с учетом получения 0,1 %-ного раствора абсолютно сухой целлюлозы, элементарные пробы взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г (пример расчета массы элементарной пробы приведен в справочном приложении 2).

3.2. Аппаратура и реактивы

Вискозиметр для прозрачных жидкостей с внутренним диаметром капилляра (0,56±0,22) мм (для высоковязких растворов с внутренним диаметром (0,73±0,02) мм) и внутренним диаметром трубки (3,0±0,02) мм по ГОСТ 10028—81 или нормативно-технической документации.

Ампула вместимостью 20—25 см³ (черт. 1).



Черт. 1

Воронка простая конусообразная, диаметр 35 мм, высота 50 мм по ГОСТ 25336—82.

Стаканчик для взвешивания (бюкса), СВП 1 по ГОСТ 25336—82.

Бюретка прямая с оливой, вместимостью 50 $см^3$, ценой наименьшего деления 0,1 $см^3$ по ГОСТ 20292—74.

Термометр лабораторный нормальный ТЛ-4, ценой деления 0,1 °С по ГОСТ 215—73.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Весы лабораторные рычажные по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания до 200 г.

Шкаф сушильный.

Секундомер.

Шарики для размешивания диаметром 4,0—5,0 мм, для закрывания горловины ампул диаметром 9,0—9,5 мм по ГОСТ 3722—81.

Волокно стеклянное.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, х. ч.

3.3. Подготовка аппаратуры к испытанию

Шарики промывают водой (при необходимости их обезжиривают растворителями), слабым раствором аммиака, водой, вытирают между слоями ткани, затем фильтровальной бумагой и высушивают при 40—50 °С в сушильном шкафу. Шарики должны храниться в сухой фильтровальной бумаге или в отбеленной ткани.

Вискозиметр и ампулы, промытые водой, 3—5 %-ным раствором соляной или серной кислоты, горячей водой и дистиллированной водой, высушивают.

Ампулы термостатируют при температуре (20±0,1) °С в течение 15—20 мин и затем калибруют. Ампулы калибруют путем медленного спуска из термостатированной (20±0,1) °С бюретки дистиллированной воды до заполнения всей ампулы. Из полученного объема вычитают объем, занимаемый шариками, взятыми для перемешивания. Объем шариков определяют путем ввода в бюретку с известным количеством дистиллированной воды 15 шариков. Разница в объемах до и после введения шариков равна объему всех шариков.

3.4. Проведение испытания

В чистую сухую ампулу вводят 15 металлических шариков и затем вносят пинцетом взятую для данной ампулы элементарную пробу, после чего ампулу быстро заполняют из бюретки медно-аммиачным растворителем (приготовление и анализ медно-аммиачного растворителя даны в обязательном приложении 1).

Заполнение сначала ведут до горловины ампулы, которую осторожно встряхивают до смачивания всей элементарной пробы и продолжают заполнение до покрытия медно-аммиачным растворителем верхней части горловины. После этого на горловину наде-

вают резиновую (каучуковую) трубку длиной 1—1,5 см, в которую вставлен стеклянный или металлический шарик для закрытия горловины ампулы.

После заполнения термостатированных при 20 °С ампул медно-аммиачным растворителем, элементарную пробу растворяют в темном месте не менее 4 ч. Через каждые 40—50 мин перемешивают раствор, периодически его встряхивая. После растворения элементарных проб ампулы термостатируют при (20±0,1) °С в течение 20 мин, после чего приступают к измерению удельной вязкости раствора целлюлозы.

С горловины ампулы снимают резиновую (каучуковую) трубку с шариком, быстро вытряхивают находящиеся в ампуле шарики и затем через воронку с небольшим количеством стеклянного волокна отфильтровывают 8—10 $см^3$ медно-аммиачного раствора целлюлозы.

Допускается при определении удельной вязкости растворов целлюлозы хлопчатобумажных материалов фильтрование растворов не проводить.

При помощи кратковременного вакуумирования засасывают отфильтрованный раствор в сухой, предварительно термостатированный при (20±0,1) °С в течение 15—20 мин вискозиметр немного выше верхней метки и отсчитывают время, требуемое для прохождения жидкости между верхней и нижней метками вискозиметра. Для расчета принимается во внимание продолжительность истечения раствора после первого заполнения.

При повторном заполнении этим же раствором продолжительность вытекания будет несколько меньше из-за окисления на воздухе целлюлозы в растворе. Поэтому как фильтрование, так и перенос раствора в вискозиметр, как правило, занимает не более 1 мин. Продолжительность истечения в зависимости от степени повреждения целлюлозы доходит до 4 мин. Для уменьшения продолжительности истечения высоковязких медно-аммиачных растворов выбирают вискозиметр с большим диаметром капилляра. Оптимальное время истечения медно-аммиачного растворителя 55—80 с.

Время истечения медно-аммиачного растворителя, термостатированного, как указано выше, определяют до или после измерения времени истечения медно-аммиачного раствора целлюлозы.

3.5. Обработка результатов

Удельную вязкость медно-аммиачного раствора целлюлозы льняного или хлопкового волокон ($\eta_{уд}$) вычисляют по формуле

$$\eta_{уд} = \frac{t_1 - t_2}{t_2},$$

где t_1, t_2 — время истечения соответственно раствора целлюлозы и растворителя, с.

Удельную вязкость медно-аммиачного раствора целлюлозы текстильного материала, содержащего определенное количество вискозного или вискозного высокомодульного волокна ($\eta_{уд}$), вычисляют по формуле

$$\eta'_{уд} = \frac{[\eta]}{1000-0,29[\eta]},$$

где 0,29 — константа для медно-аммиачного растворителя;

$[\eta]$ — характеристическая вязкость медно-аммиачного раствора целлюлозы хлопкового или льняного волокна текстильного материала, содержащего определенное количество вискозного или вискозного высокомодульного волокна, вычисляемая по формуле

$$[\eta] = 100 \cdot \frac{[\eta_{изд}]-[\eta_в]}{100-B} + [\eta_в],$$

где B — массовая доля вискозного или вискозного высокомодульного волокна в текстильном материале, %;

$[\eta_в]$ — характеристическая вязкость раствора целлюлозы вискозного или вискозного высокомодульного волокна, равная соответственно 130 и 210;

$[\eta_{изд}]$ — характеристическая вязкость раствора целлюлозы текстильного материала, содержащего определенное количество вискозного или вискозного высокомодульного волокна, вычисляемая по формуле

$$[\eta_{изд}] = \frac{100 \cdot \eta_{уд}}{0,1(1+0,29\eta_{уд})},$$

где 0,1 — концентрация целлюлозы, %;

$\eta_{уд}$ — удельная вязкость раствора целлюлозы текстильного материала, которую определяют как указано в п. 3.4 и вычисляют по формуле, указанной в п. 3.5.

При расхождении в значении определяемых показателей более чем на 7 % проводят повторное испытание на вновь отобранных элементарных пробах.

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

4. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИНАМИЧЕСКОЙ ВЯЗКОСТИ

4.1. Отбор проб

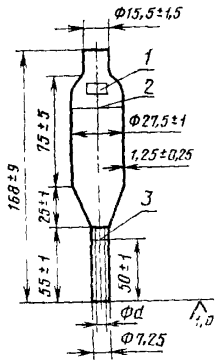
От объединенных проб, подготовленных по п. 2.5, берут две элементарные пробы массой, рассчитанной с учетом получения 0,5 %-ного раствора абсолютно сухой целлюлозы. Элементарные пробы взвешивают в бюксе с погрешностью не более 0,0002 г.

(Пример расчета массы элементарной пробы приведен в справочном приложении 2).

4.2. Аппаратура и реактивы

Колба плоскодонная вместимостью 100 см³ с хорошо пригнанной резиновой пробкой по ГОСТ 25336—82.

Вискозиметр-ампула с диаметром капилляра 1,75—1,90 мм (черт. 2).



Черт. 2

1—марка; номер; *2*—метка круговая Б; *3*—метка круговая А

Цилиндр вместимостью 50 см³ по ГОСТ 1770—74.

Термостат воздушно-водяной стеклянный (черт. 3).

Термометр, ценой деления 0,1° по ГОСТ 215—73.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336—82.

Весы лабораторные рычажные по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания до 200 г.

Шкаф сушильный.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Секундомер.

Медная проволока, кусочки длиной 10—12 мм и диаметром 2—3 мм.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, х. ч. или ч. д. а.

Дибутилфталат по нормативно-технической документации.

Медь однохлористая по ГОСТ 4164—79.

Медно-аммиачный растворитель, приготовленный согласно обязательному приложению 1.

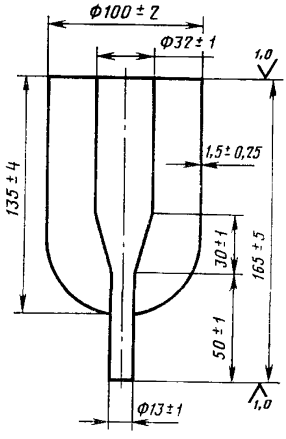
Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75, ч. д. а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

4.3. Подготовка аппаратуры к испытанию

Для материалов с вязкостью до 100 сП применяют вискозиметры диаметром капилляра (1,75±0,02) мм, а для материалов с вязкостью более 100 сП — вискозиметры диаметром капилляра (1,90±0,02) мм.



Черт. 3

Первоначально вискозиметры моют горячим раствором соды и мыла с добавлением смачивателя, затем промывают водой и ополаскивают дистиллированной водой, сушат в термостате. Сухие вискозиметры на 1 ч помещают в теплый раствор хромовой смеси, после чего вискозиметры промывают водой, ополаскивают дистиллированной водой и снова сушат в термостате досуха.

После окончания испытания вискозиметр-ампулу промывают водой, раствором хромовой смеси, водой, затем ополаскивают дистиллированной водой.

Константу вискозиметра устанавливают по жидкости, имеющей известную вязкость и плотность. В качестве такой жидкости применяют дибутилфталат.

Термостатированный дибутилфталат, имеющий температуру 20 °С, наливают в вискозиметр, помещенный в воздушно-водяной термостат, где установлена температура 20 °С. Определяют время истечения 25 $см^3$ дибутилфталата из вискозиметра от верхней до нижней метки.

Константу вискозиметра (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{20 \cdot 0{,}94}{1{,}05 \cdot t},$$

где 20 — вязкость дибутилфталата при 20 °С, сП;

0,94 — плотность 0,5 %-ного медно-аммиачного раствора целлюлозы, г/см³;

1,05 — плотность дибутилфталата при 20 °С, г/см³;

t — время истечения 25 см³ дибутилфталата из вискозиметра (оно составляет 90—130 с).

Константы вискозиметров находятся в пределах 0,13—0,2.

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

4.4. Проведение испытания

Отобранную элементарную пробу помещают в чистую сухую плоскодонную колбу, туда же кладут (10±0,1) г медной проволоки и (0,5±0,02) г однохлористой меди. Затем в колбу при помощи бюретки или мерного цилиндра наливают 50 см³ медно-аммиачного растворителя. Колбу плотно закрывают резиновой пробкой и содержимое колбы осторожно размешивают круговым движением. Колбу ставят в темное прохладное место на 10—12 ч. Последние 1—2 ч содержимое колбы размешивают более энергично через каждые 20—30 мин.

После полного растворения элементарной пробы (при отстаивании раствора на дно колбы не осаждаются разбухшие кусочки целлюлозы и при встряхивании со стенок колбы стекает однородный раствор) колбу ставят на 1—1,5 ч в водяную баню при 20 °С, в течение этого времени содержимое колбы не размешивается.

После отстаивания раствора колбу открывают и раствор осторожно выливают в вискозиметр-ампулу до уровня немного выше метки. Вискозиметр-ампулу помещают в воздушно-водяной термостат и замечают время истечения 25 см³ раствора из вискозиметра.

4.5. Обработка результатов

Динамическую вязкость (η) в сантипуазах вычисляют по формуле

$$\eta = K \cdot t,$$

где K — константа вискозиметра;

t — время истечения раствора целлюлозы, с.

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

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И АНАЛИЗ МЕДНО-АММИАЧНОГО РАСТВОРИТЕЛЯ

1. Аппаратура и реактивы

Склянка с тремя горловинами типа СЗГ по ГОСТ 25336—82.
Склянка с насадкой (Дрекселя) типа СН по ГОСТ 25336—82.
Колбы конические вместимостью 100 и 200 см³ по ГОСТ 19908—80.
Пипетки вместимостью 3 и 50 см³ по ГОСТ 20292—74.
Мерные цилиндры вместимостью 25 см³ по ГОСТ 1770—74.
Часовые стекла диаметром 7—10 см.
Бюретка вместимостью 50 см³, ценой деления 0,1 см³ по ГОСТ 1770—74.
Медь красная чистая в виде проволоки диаметром 1—2 мм или листов толщиной 1,0—1,5 мм.
Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, ч.д.а.
Сахароза по ГОСТ 5833—75, ч.д.а.
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, ч.
Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, ч.д.а.
Кислота серная по ГОСТ 4204—77, ч.
Натрий серноватистокислый (гипосульфит) по СТ СЭВ 223—75, ч.д.а.
Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, ч.
Метиловый оранжевый по ГОСТ 10816—64.

2. Подготовка к анализу

2.1. При использовании медной проволоки из электрического кабеля (провода) последний очищают от изоляции, затем кипятят в растворе кальцинированной соды с добавлением смачивателя неионогенного типа для удаления канифоли затем очищают поверхность проволоки наждачной бумагой. Проволоку разрезают на отрезки длиной 600—700 мм и свертывают в спираль, которую затем помещают в склянку с притертой пробкой, заливают в склянку 15—20 %-ный раствор азотной кислоты, встряхивают склянку. После обработки раствором азотной кислоты поверхность меди должна быть совершенно чистой; спирали промывают несколько раз водой.

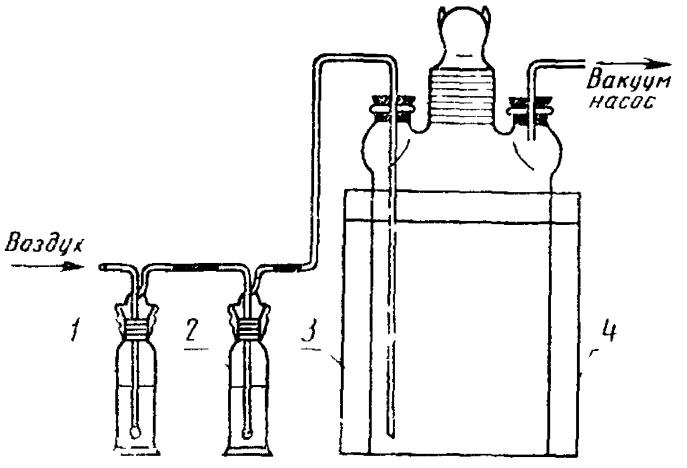
Если применяется листовая медь, ее нарезают на кусочки размером 5×20 мм и очищают раствором азотной кислоты как указано выше.

Допускается использование медной стружки, которую очищают как указано выше.

2.2. Приготовление медно-аммиачного растворителя проводят в лабораторной установке, указанной на чертеже.

Установка состоит из склянки-реактора с тремя горловинами, куда помещают через центральное отверстие очищенную медь. В одно горло вставляют длинную Г-образную трубку, доходящую почти до дна сосуда, в другое горло вставляют короткую Г-образную трубку, которую подсоединяют к вакуумному насосу. Реактор термостатируют при температуре 5—10 °С.

Аммиак в реактор заливают следующим образом. К концу длинной трубки, выходящему наружу, присоединяют вторую Г-образную трубку, длинный конец которой опускают в бутыль с аммиаком, содержащим 2 г/дм³ сахарозы. Затем пускают в действие вакуумный насос, и раствор начинает поступать в реактор. Медь должна находиться под уровнем жидкости, который устанавливают на 25—30 мм ниже горла реактора.



1 — склянка с насадкой (Дрекселя) с 40 %-ным раствором гидроокиси натрия *2* — склянка с насадкой (Дрекселя) с 25 %-ным раствором аммиака *3* — склянка с тремя горловинами (Вульфа) (реактор для получения медно-аммиачного растворителя) *4* — термостат для охлаждения реакционной смеси до температуры 5—10 °С

После наполнения цилиндра раствором аммиака конец длинной трубки соединяют с двумя поглотительными склянками Дрекселя В первой склянке находится 25 %-ный раствор аммиака, во второй — 40 %-ный раствор гидроокиси натрия Склянки заполняют указанными растворами немного менее половины их объема Засасываемый насосом воздух проходит сначала через склянку с раствором гидроокиси натрия очищаясь при этом от углекислоты, затем проходит через склянку с раствором аммиака, насыщаясь им Далее воздух поступает в реактор, окисляя медь с образованием окиси меди, которая растворяется в аммиачном растворителе Прохождение воздуха через растворы осуществляется со скоростью 2—3 пузырька в 1 с

Для достижения требуемой концентрации меди в медно-аммиачном растворителе необходимо при его приготовлении сохранять соотношение между аммиаком и медью 1 0,8, то есть на 1 дм^3 аммиака брать около 800 г меди Аммиак в поглотительной склянке меняют через 5—6 ч

Медно-аммиачный растворитель должен содержать на 1 дм^3 в граммах

меди — (13±0,2),

аммиака — (150±5),

сахарозы — 2

Приготовленный раствор сливают в бутыль из темного стекла По окончании процесса насыщения цилиндр склянки с тремя горловинами, наполненный медью, заполняют концентрированным раствором аммиака и закрывают

3. Проведение анализа

Анализ медно-аммиачного растворителя проводят

на определение массовой доли меди,

на определение массовой доли аммиака

3 1 Определение массовой доли меди

3 1 1 3 см^3 испытуемого раствора (засасывание растворителя проводят непосредственно из бутыли при помощи вакуумного насоса через предохранительную склянку или через промывалку) вносят в коническую или другую колбу, прибавляют 2—3 капли раствора метилового оранжевого, нейтрализуют 5 %-

ным раствором серной кислоты, после чего добавляют еще 15 см³ 5 %-ного раствора серной кислоты. Затем содержимое кипятят 5 мин для удаления окислов азота и по охлаждении добавляют 10 см³ 10 %-ного раствора йодистого калия. Колбу прикрывают часовым стеклом и ставят в темное место на 3 мин. Выделившийся йод оттитровывают раствором гипосульфита с добавлением к концу титрования 2—3 см³ 0,5 %-ного раствора крахмала.

3.1.2. Массовую долю меди (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{A \cdot 0{,}006357}{3} \cdot 100 = A \cdot 0{,}2119 ,$$

где A — количество 0,1 н. раствора гипосульфита натрия, израсходованное на титрование, см³;

3 — количество медно-аммиачного растворителя, взятое для титрования, см³.

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

3.2. Определение массовой доли аммиака

3.2.1. 3 см³ испытуемого раствора вносят в 50 см³ 1,0 н. раствора серной кислоты, взятого в коничесной или другой колбе вместимостью 200—250 см³, причем конец пипетки во время стекания слегка погружают под поверхность кислоты, а затем остатку раствора дают стечь, прикасаясь концом пипетки к стенке колбы. Избыток кислоты оттитровывают в присутствии метилового оранжевого 1,0 н. раствором гидроокиси натрия.

При расчете учитывают, что при взаимодействии с медно-аммиачным растворителем кислота расходуется как на аммиак, так и на медь.

3.2.2. Массовую долю аммиака (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(Б - B - X \cdot 0{,}9438) \cdot 0{,}017 \cdot 100}{3} = (Б - B - X \cdot 0{,}9438) \cdot 0{,}5667,$$

где $Б$ — количество 1,0 н. раствора кислоты, взятое в избытке для нейтрализации медно-аммиачного растворителя, см³;

B — количество 1,0 н. раствора гидроокиси натрия, израсходованное на обратное титрование, см³;

X — массовая доля меди, %;

0,9438 — коэффициент, учитывающий расход кислоты на медь, находящуюся в растворе;

0,017 — массовая доля аммиака, соответствующая 1 см³ 1,0 н. раствора серной кислоты, г;

3 — количество медно-аммиачного растворителя, взятое для определения массовой доли аммиака, см³.

Проводят два параллельных титрования, которые не должны отличаться друг от друга более, чем на 0,2 см³.

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

4. Дозировка медно-аммиачного растворителя

Перед дозировкой раствор должен иметь некоторый избыток меди, так как изменить ее содержание при дозировке можно лишь в сторону понижения.

Пример дозировки

По анализу определено, что раствор содержит, г/дм³:

меди — 15;

аммиака — 140;

сахарозы — 2 (по количеству заданного).

Всего раствора 2000 см³.
Для дозировки имеется 25 %-ный раствор аммиака.
Раствор должен содержать, г/дм³:
меди — 13±0,2;
аммиака — 150±5;
сахарозы — 2.
Избыток меди в 2000 см³ раствора вычисляют следующим образом

$$(15,0—13,0)\cdot 2 = 4 \text{ г}.$$

Общее количество аммиачного раствора и дистиллированной воды (V), см³, необходимое для доведения раствора до нужной концентрации меди, вычисляют по формуле

$$V = \frac{1000\cdot 4}{13} = 307 \text{ см}^3$$

Количество недостающего аммиака в 2000 см³ раствора равно:

$$(150—140)\cdot 2 = 20 \text{ г}.$$

Для определения количества 25 %-ного водного раствора аммиака (V_1), см³, необходимого для дозировки, вычисляют избыток аммиака в 25 %-ном растворе следующим образом
250—150=100 г на 1 дм³ 25 %-ного раствора, отсюда:

$$V_1 = \frac{1000\cdot 20}{100} = 200 \text{ см}^3.$$

Всего для разбавления раствора до нужной концентрации меди необходимо: 307 см³ аммиачного раствора и дистиллированной воды, из них 200 см³ 25 %-ного водного раствора аммиака.
Затем определяют, сколько нужно добавить 25 %-ного водного раствора аммиака (V_2), см³, для получения 107 см³ 15 %-ного раствора:

$$V_2 = \frac{107\cdot 150}{250} = 64 \text{ см}^3.$$

Следовательно для дозировки необходимо взять:
200+64=264 см³ 25 %-ного водного раствора аммиака;
307—264=43 см³ дистиллированной воды.
На дополнительный объем берут необходимое количество сахарозы. После дозировки медно-аммиачный растворитель снова проверяют на содержание меди и аммиака.
Приготовленный медно-аммиачный растворитель должен храниться в прохладном и темном месте.
Проверку медно-аммиачного растворителя на содержание меди и аммиака проводят не реже одного раза в месяц. При накоплении связанной азотистой кислоты, что обнаруживается по быстрому обесцвечиванию метилового оранжевого при обратном титровании аммиака, растворитель подлежит замене.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Справочное

ПРИМЕРЫ РАСЧЕТА МАССЫ ЭЛЕМЕНТАРНЫХ ПРОБ

1. Массу элементарной пробы (M) текстильного материала, содержащего определенное количество полиэфирного волокна, для определения удельной вязкости раствора целлюлозы с учетом принятой влажности 6 % рассчитывают по формуле

$$M = \frac{V \cdot 0{,}00106}{1 - \frac{m}{100}},$$

где V — рабочая вместимость ампулы, равная разности вместимости ампулы и объема 15 шариков, см³;

m — массовая доля полиэфирного волокна, %.

Пример расчета:

вместимость ампулы — 25,00 см³;

объем 15 шариков — 1,40 см³;

рабочая вместимость ампулы составит 25,00—1,40=**23,60 см³**;

массовая доля полиэфирного волокна — 33,0 %.

Масса элементарной пробы равна:

$$M = \frac{23{,}60 \cdot 0{,}00106}{1 - \frac{33{,}0}{100}} = \frac{0{,}0250}{0{,}67} = 0{,}0373 \text{ г}.$$

При отсутствии полиэфирного волокна в текстильном материале масса элементарной пробы равна 0,0250 г.

2. Массу элементарной пробы (M) текстильного материала, содержащего определенное количество вискозного или вискозного высокомодульного волокна, для определения удельной вязкости раствора целлюлозы с учетом принятой влажности 8 % рассчитывают по формуле

$$M = V \cdot 0{,}00108,$$

где V — рабочая вместимость ампулы, см³.

Пример расчета:

вместимость ампулы — 25,00 см³;

объем 15 шариков — 1,40 см³;

рабочая вместимость — 25,00—1,40=**23,60 см³**.

Масса элементарной пробы равна:

$$M = 23{,}60 \cdot 0{,}00108 = 0{,}0255 \text{ г}.$$

3. Массу элементарной пробы текстильного материала (M) для определения динамической вязкости раствора целлюлозы с учетом принятой влажности 6 % рассчитывают по формуле

$$M = V \cdot 0{,}0053,$$

где V — объем медно-аммиачного растворителя, равный 50 см³.

$$M = 50{,}00 \cdot 0{,}0053 = 0{,}2650 \text{ г}.$$

gost.e-ecolog.ru