М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ТКАНИ И ИЗДЕЛИЯ ЛЬНЯНЫЕ, ПОЛУЛЬНЯНЫЕ, ХЛОПЧАТОБУМАЖНЫЕ И СМЕШАННЫЕ

Методы химических испытаний

ГОСТ 25617—83

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

МКС 59.080.30
ОКП 83 3000, 83 1000

Дата введения 01.01.84

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

определение в тканях и изделиях, обработанных аппретами всех видов, присутствия соединений, экстрагируемых водой: свободных хромовых, алюминиевых и медных солей, свободных дубильных веществ, а также реакции водного экстракта;

определение массовой доли меди, окиси хрома, окиси алюминия и двуокиси циркония в тканях и изделиях с комбинированной отделкой;

определение массовой доли меди, окиси хрома в тканях и изделиях с биостойкой отделкой;

определение массовой доли окиси алюминия в тканях с водоотталкивающей отделкой;

определение массовой доли меди в веревочных и других изделиях с биостойкой отделкой;

определение массовой доли салициланилида, оксидифенила (ортофенилфенола), 8-оксихинолината меди в тканях и изделиях с биостойкой фунгицидной отделкой;

определение массовой доли нейтральных солей серной кислоты в тканях и изделиях с отделкой;

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

определение присутствия свободного хлора в отбеленных тканях и изделиях;

определение присутствия сернистого натрия в окрашенных нитках;

определение массовой доли аппрета на основе водорастворимых продуктов и крахмала в тканях и изделиях с отделкой;

определение массовой доли аппретов в тканях и изделиях с малосминаемой, малоусадочной и другими видами отделок на основе азотсодержащих смол;

определение массовой доли аппрета (полиэтилена и поливинилацетата) в тканях и изделиях с малосмываемым аппретом;

определение массовой доли вискозного и полиэфирного волокон в смеси с хлопком и льном в тканях и изделиях (в том числе ровница и лента);

определение степени мерсеризации ткани и изделий хлопчатобумажных и хлопкополиэфирных до их аппретирования;

определение количества свободного формальдегида в тканях и изделиях из них с отделками на основе формальдегидсодержащих смол.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Для проведения испытаний отбирают точечные пробы:

для тканей — по ГОСТ 20566 со следующим дополнением: точечной пробой служит отрезок ткани во всю ширину и длиной 40 см для легких тканей и 20 см для тяжелых тканей;

для веревочных изделий — по ГОСТ 1868;

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

для пряжи — по ГОСТ 6611.0;

для ниток и льняных шнуров — по ГОСТ 14961;

для шпагата и других крученых изделий — по ГОСТ 17308;

для хлопчатобумажных ниток — по ГОСТ 6309 и ГОСТ 8402;

для лентотканых и плетеных изделий — по ГОСТ 16218.0; со следующим дополнением:

от каждой отобранной единицы продукции отбирают по две точечные пробы массой 20 г каждая;

для изделий вязаных, гардинно-тюлевых, кружевных, из гипюра и др. отбирают от каждой отобранной единицы продукции по две точечные пробы массой 5 г каждая.

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

1.2. Влажность тканей и изделий определяют по ГОСТ 3816.

2. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ В ТКАНЯХ И ИЗДЕЛИЯХ, ОБРАБОТАННЫХ АППРЕТАМИ ВСЕХ ВИДОВ, ПРИСУТСТВИЯ СОЕДИНЕНИЙ, ЭКСТРАГИРУЕМЫХ ВОДОЙ

2.1. Определение присутствия свободных хромовых солей

2.1.1. Метод отбора проб

От проб, отобранных по п. 1.1, берут две элементарные пробы для тяжелых тканей, шпагата и веревки массой 10 г, а для легких тканей, ниток, тесьмы и сетей — массой 5 г. Пробы должны быть предварительно мелко нарезаны и взвешены с погрешностью не более 0,01 г.

2.1.2. Аппаратура, реактивы, растворы

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

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

Капельница стеклянная по ГОСТ 25336.

Цилиндры вместимостью 10,200 $см^3$ по ГОСТ 1770.

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

Термометр по ГОСТ 28498.

Секундомер.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

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

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027, х. ч., 10 %-ный раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч., 10 %-ный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.1.3. Подготовка к испытанию

Отобранную элементарную пробу помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, заливают 150 $см^3$ дистиллированной воды и экстрагируют при температуре 20—25 °С в течение 1 ч при частом перемешивании. Полученный водный раствор отфильтровывают через бумажный или стеклянный фильтр. Подготовленный водный экстракт используют для определения в тканях и изделиях присутствия свободных солей хрома, алюминия и меди.

2.1.4. Проведение испытания

В пробирку вместимостью 25—30 $см^3$ наливают 5 $см^3$ водного экстракта, полученного, как указано в п. 2.1.3, добавляют 1 $см^3$ уксусной кислоты и 2—3 капли 10 %-ного раствора уксуснокислого свинца. При наличии в испытываемом растворе хромовых солей появляется муть или осадок желтого цвета, растворимый в азотной кислоте и в 10 %-ном растворе гидроокиси натрия.

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

2.2. Определение присутствия свободных алюминиевых солей

2.2.1. Отбор элементарных проб — по п. 2.1.1.

2.2.2. Аппаратура, реактивы, растворы

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

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

---

* С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

Цилиндры вместимостью 10 см^3 по ГОСТ 1770.
Капельницы по ГОСТ 25336.
Термометр по ГОСТ 28498.
Плитка электрическая по ГОСТ 14919.
Аммиак водный по ГОСТ 3760, 10 %-ный раствор, ч. д. а.
Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, 10 %-ный раствор, ч. д. а.
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч., 15 %-ный раствор.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2.2.3. Проведение испытания

В химический стакан вместимостью 25—30 см^3 наливают 10 см^3 водного экстракта, полученного, как указано в п. 2.1.3, добавляют 2 см^3 10 %-ного раствора хлористого аммония, нагревают на электрической плитке до 70—80 °С, затем прибавляют 2—3 капли раствора аммиака. При наличии в испытываемом растворе алюминиевых солей образуется хлопьевидный осадок гидрата окиси алюминия, растворимый в 15 %-ном растворе гидроокиси натрия.

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

2.3. Определение присутствия свободных медных солей

2.3.1. Отбор элементарных проб — по п. 2.1.1.

2.3.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Колба коническая вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336.
Пробирки вместимостью 25—30 см^3 по ГОСТ 25336.
Цилиндр вместимостью 10 см^3 по ГОСТ 1770.
Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч., 10 %-ный раствор.
Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207, х. ч., 10 %-ный раствор.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2.3.3. Проведение испытания

В пробирку вместимостью 25—30 см^3 наливают 5 см^3 водного экстракта, полученного, как указано в п. 2.1.3, добавляют 2—3 капли уксусной кислоты и 2—3 капли 10 %-ного раствора железистосинеродистого калия.

При наличии в испытываемом растворе медных солей появляется розовое окрашивание.

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

2.4. Определение присутствия свободных дубильных веществ

2.4.1. Отбор проб — по п. 2.1.1.

2.4.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Колба коническая вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336.
Пробирки вместимостью 25—30 см^3 по ГОСТ 25336.
Воронки стеклянные по ГОСТ 25336.
Плитка электрическая по ГОСТ 14919.
Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.
Квасцы железоаммонийные по ТУ 6—09—5359, 10 %-ный раствор, ч. д. а.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2.4.3. Подготовка к испытанию

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

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

2.4.4. Проведение испытания

В пробирку вместимостью 25—30 см^3 наливают 5 см^3 водного экстракта, полученного, как указано в п. 2.4.3, и 2—3 капли 10 %-ного раствора железоаммонийных квасцов.

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

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

2.5. Определение реакции водного экстракта

2.5.1. Отбор проб — по п. 2.1.1.

2.5.2. Аппаратура, реактивы, растворы

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

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

Капельницы лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336.

pH-метр лабораторный по нормативно-технической документации.

Бумага индикаторная универсальная по ТУ 13—0279411—11.

Фенолфталеин по ТУ 6—09—5360 1 %-ный спиртовой раствор.

Метиловый оранжевый, 0,02 %-ный раствор по ТУ 609—6171.

Спирт этиловый ректификат по ГОСТ 5962*.

2.5.3. Проведение испытания

В пробирку вместимостью 25—30 $см^3$ наливают 10 $см^3$ водного экстракта, полученного, как указано в п. 2.4.3, добавляют 1—2 капли раствора фенолфталеина. При pH > 7 (щелочная реакция) водного экстракта появляется розовое окрашивание. Если от добавления фенолфталеина раствор не приобретает розовой окраски, то прибавляют 1—2 капли раствора метилового оранжевого. При pH < 7 (кислая реакция) испытываемого раствора последний окрашивается в розовый цвет.

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

За окончательный результат испытания принимают реакцию водного экстракта (щелочная, кислая или нейтральная).

3. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ СОЕДИНЕНИЙ В ТКАНЯХ И ИЗДЕЛИЯХ С КОМБИНИРОВАННОЙ ОТДЕЛКОЙ

3.1. Определение массовой доли меди

3.1.1. Метод отбора проб

От проб, отобранных согласно п. 1.1, берут две элементарные пробы массой по 2—5 г каждая. Проба должна быть предварительно мелко нарезана и взвешена с погрешностью не более 0,0002 г.

3.1.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Тигли фарфоровые № 4 по ГОСТ 9147.

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

Колбы плоскодонные (для промывания) по ГОСТ 25336.

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

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

Термометр по ГОСТ 28498.

Воронки химические по ГОСТ 25336.

Пипетки по нормативно-технической документации.

Цилиндры стеклянные по ГОСТ 1770.

Капельницы лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Печь муфельная ПМ-8 по нормативно-технической документации.

Шкаф сушильный, обеспечивающий заданные температурные параметры.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Ареометр по ГОСТ 18481.

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

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Бумага фильтровальная, окрашенная конго красным, по нормативно-технической документации.

Водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929.

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

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

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч. д. а.

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

Натрий серноватистокислый по СТ СЭВ 223—75, 0,02 и 0,1 н. растворы, ч. д. а.

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

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч.

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

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

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

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

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

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

Фенолфталеин по ТУ 6—09—5360, 1 %-ный спиртовой раствор.

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

Аммоний роданистый по нормативно-технической документации, ч. д. а.

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

Спирт этиловый синтетический технический по ОСТ 38.02386.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.1.3. Подготовка к испытанию

Отобранную пробу сжигают в тигле или фарфоровой чашке до полного озоления в муфельной печи. Золу осторожно переносят в коническую колбу или стакан вместимостью 100 см^3 и обрабатывают раствором перекиси водорода в количестве 11—14 см^3. Золу, смоченную перекисью водорода, начинают осторожно обрабатывать 9—12 см^3 серной кислоты (плотностью 1,830—1,835 г/см^3) до появления экзотермической реакции. После прекращения бурной реакции добавляют остаток серной кислоты и растворяют золу при нагревании на электрической плитке до тех пор, пока раствор не станет прозрачным. Далее раствор охлаждают до (20 ± 2) °С и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, тщательно ополаскивая стакан дистиллированной водой.

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

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

3.1.4. Проведение испытания

В коническую колбу наливают 40 см^3 приготовленного по п. 3.1.3 раствора, нейтрализуют его 4 н. раствором едкого натра до щелочной реакции (по конго красному) и добавляют избыток гидроокиси натрия 2,5 см^3, затем прибавляют 5 см^3 раствора перекиси водорода и кипятят на электрической плитке в течение 30 мин. Испарившийся раствор во время кипячения доливают горячей (80 °С) дистиллированной водой до первоначального объема. Образовавшиеся осадки гидроокиси меди и железа переносят на фильтр и промывают горячей (80 °С) дистиллированной водой.

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

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

Фильтр после растворения в нем окисей железа и меди промывают дистиллированной водой до исчезновения реакции на хлор (проба с раствором азотнокислого серебра). Отфильтрованный раствор вместе с промывными водами выпаривают до 100—150 см^3, а затем при кипячении нейтрализуют аммиаком, в результате чего появляется ярко-голубая окраска медноаммиачного комплекса. Раствор отфильтровывают, а остаток гидроокиси железа промывают горячей (80 °С) дистиллированной водой. Полученный раствор с промывными водами выпаривают до объема 100 см^3, охлаждают, подкисляют несколькими каплями концентрированной серной кислоты до

кислой реакции по конго красному, прибавляют 3 г йодистого калия (сухого), ставят в темное место и через 5 мин выделившийся йод оттитровывают 0,02 н. раствором серноватистокислого натрия, прибавляя в конце титрования в качестве индикатора раствор крахмала.

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

3.1.5. Обработка результатов

Массовую долю меди (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}00127 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 40},$$

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

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

100 — объем испытуемого раствора, см^3;

m — постоянно сухая масса пробы, г;

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

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

3.2. Определение массовой доли окиси хрома

3.2.1. Отбор проб — по п. 3.1.1.

3.2.2. Применяемые аппаратура, реактивы, растворы — по п. 3.1.2.

3.2.3. Подготовка к испытанию — по п. 3.1.3.

3.2.4. Проведение испытания

Щелочной фильтрат, полученный после отделения меди и железа (см. п. 3.1.4), содержит соли хрома и алюминия. Данный раствор вместе с промывными водами выпаривают до объема 100 см^3, охлаждают и подкисляют концентрированной серной кислотой до кислой реакции (по конго красному), добавляют 10 см^3 10 %-ного раствора серной кислоты и 10 см^3 10 %-ного раствора йодистого калия, ставят в темное место и через 10 мин оттитровывают 0,02 н. раствором серноватистокислого натрия с прибавлением к концу титрования в качестве индикатора раствора крахмала.

3.2.5. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0{,}000506 \cdot 100 \cdot 100}{m_1 \cdot 40},$$

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

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

m_1 — постоянно сухая масса пробы, г;

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

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

3.3. Определение массовой доли окиси алюминия с применением 8-оксихинолина

3.3.1. Отбор проб — по п. 3.1.1.

3.3.2. Применяемые аппаратура, реактивы, растворы — по п. 3.1.2.

3.3.3. Проведение испытания

В коническую колбу наливают 40 см^3 раствора, приготовленного по п. 3.1.3, упаривают его до 20 см^3, нейтрализуют 4 н. раствором едкого натра (по конго красному), добавляют избыток едкого натра 4 см^3 и нагревают до кипения. Образовавшийся осадок отфильтровывают и промывают горячей дистиллированной водой до исчезновения щелочной реакции по фенолфталеину. Фильтрат вместе с промывными водами выпаривают до 100 см^3, охлаждают и подкисляют соляной кислотой

(1:1) до слабокислой реакции по конго красному, добавляют 2 г винной кислоты и 1 г хлористого аммония.

Раствор, нагретый до (45 ± 2) °С, нейтрализуют 20—25 %-ным раствором аммиака (по конго красному), нагревают до 70 °С и при перемешивании приливают 3—5 см^3 3 %-ного раствора 8-оксихинолина в уксусной кислоте. Если осадок не образуется, прибавляют аммиак до появления осадка и сверх того несколько капель аммиака, продолжая нагревать (не доводя до кипения) еще 5 мин. Полученный осадок 8-оксихинолината алюминия охлаждают 45 мин, отфильтровывают и промывают сначала 30 см^3 горячей воды, а затем холодной дистиллированной водой. Вторая промывная вода не должна окрашиваться свободной солью 8-оксихинолина в желтый цвет. Если окрашивание произошло, то осадок промывают холодной дистиллированной водой до исчезновения кислоты 1:3, а фильтр промывают горячей водой до объема 100 см^3. Раствор охлаждают, вливают 20—25 см^3 0,1 н. раствора бромид-бромата, дают постоять 2 мин, прибавляют 10 см^3 10 %-ного раствора йодистого калия и оттитровывают 0,1 н. раствором серноватистокислого натрия (титр 0,1 н. раствора бромид-бромата устанавливают по 0,1 н. раствору серноватистокислого натрия). После добавления к анализируемому раствору йодистого калия выпадает шоколадно-коричневый осадок, который быстро исчезает при титровании (если добавка 25 см^3 раствора бромид-бромата окажется недостаточной, на что указывает отсутствие осадка шоколадно-коричневого цвета после добавления йодистого калия, то дополнительно в эту пробу приливать раствор бромид-бромата нельзя, так как после прибавления йодистого калия прекращается реакция выделения свободного 8-оксихинолина. В этом случае в параллельную пробу необходимо добавить 30—35 см^3 раствора бромид-бромата и проводить испытание).

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

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

3.3.4. Обработка результатов

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

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

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

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

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

m_2 — постоянно сухая масса пробы, г;

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

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

3.4. Определение массовой доли окиси алюминия с применением трилона Б

3.4.1. Отбор проб — по п. 3.1.1.

3.4.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Колбы конические вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336.

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

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

Воронки стеклянные химические диаметром 70 мм по ГОСТ 25336.

Пипетки Мора на 10, 15, 25 см^3 по нормативно-технической документации.

Бюретки на 50 см^3 по нормативно-технической документации.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

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

Бумага фильтровальная, окрашенная конго красным, по нормативно-технической документации.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

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

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

Аммиак водный по 3760, ч. д. а.

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

Гликоль по нормативно-технической документации, ч.

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

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

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

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

Определение поправки 0,02М раствора трилона Б

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

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

$$K_{тр} = \frac{10}{V_{тр}},$$

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

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

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

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

Метиловый красный, х. ч., 0,5 %-ный спиртовой раствор по ТУ 609—4070.

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

Спирт этиловый синтетический технический по ОСТ 38.02386.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.3. Проведение испытания

В колбу или стакан наливают 40 $см^3$ раствора, полученного, как указано в п. 3.1.3, нейтрализуют его 4 н. раствором гидроокиси натрия по бумаге конго и прибавляют еще 2,5 $см^3$ 4 н. раствора гидроокиси натрия, затем добавляют 5 $см^3$ перекиси водорода и кипятят раствор в течение 30 мин, доливая его горячей дистиллированной водой взамен испаряющейся при кипении влаги. По истечении 30 мин кипячения раствор охлаждают, затем осторожно нейтрализуют концентрированной серной кислотой до слабокислой реакции по бумаге конго (появление синеватого окрашивания) и вносят в полученный раствор 5 г сухого хлористого или азотнокислого аммония, 1,5 г гликоля и несколько капель раствора индикатора метилового красного.

Полученный раствор нагревают до кипения и горячий раствор нейтрализуют аммиаком до появления зеленой окраски, затем кипятят не более 1—2 мин, при этом выпадает осадок гидрата окиси алюминия. Выпавший осадок гидрата окиси алюминия отфильтровывают, промывают горячим 2 %-ным раствором хлористого или азотнокислого аммония и затем обрабатывают для растворения раствором соляной кислоты, хорошо промывают фильтр, собирают фильтрат и промывные воды, охлаждают и затем прибавляют пипеткой 25 $см^3$ раствора трилона Б, несколько капель индикатора метилового красного и нейтрализуют по каплям раствором аммиака до перехода окраски

раствора из красной в желтую. Затем прибавляют 2 см^3 уксусной кислоты, 10 см^3 раствора уксуснокислого аммония и 3—5 капель раствора гематоксилина, раствор нагревают до кипения, при этом окраска раствора переходит из красной в желтую. Затем прибавляют 2 см^3 уксусной кислоты, 10 см^3 раствора уксуснокислого аммония и 3—5 капель раствора гематоксилина, раствор нагревают до кипения, при этом окраска раствора переходит из светло-желтой в оранжево-желтую (изменение окраски до фиолетовой означает, что взято недостаточное количество раствора трилона Б; в этом случае необходимо добавить пипеткой еще 10 см^3 раствора трилона Б).

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

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

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

3.4.4. Обработка результатов

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

$$X_3 = \frac{V'_{тр}\left(1 - \frac{V_4}{V_5}\right) \cdot 0{,}001019 \cdot 100 \cdot 100}{m_3 \cdot 40},$$

где $V'_{тр}$ — объем точно 0,02М раствора трилона Б, взятый для титрования, см^3;

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

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

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

m_3 — постоянно сухая масса пробы, г;

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

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

3.5. Определение массовой доли двуокиси циркония весовым методом

3.5.1. Отбор проб — по п. 3.1.1.

3.5.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Тигли фарфоровые № 4 по ГОСТ 9147.

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

Стаканы химические вместимостью 150 см^3 по ГОСТ 25336.

Воронки химические по ГОСТ 25336.

Цилиндры вместимостью 25 см^3 по ГОСТ 1770.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

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

Шкаф сушильный, обеспечивающий заданные температурные параметры.

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

Ареометр по ГОСТ 18481.

Фильтры бумажные, беззольные по нормативно-технической документации.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

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

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.5.3. Проведение испытания

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

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

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

3.5.4. Обработка результатов

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

$$X_4 = \frac{m_4 \cdot 0{,}4647 \cdot 100}{m_5},$$

где m_4 — масса фосфата циркония, г;

m_5 — постоянно сухая масса пробы, г;

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

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

4. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ СОЕДИНЕНИЙ В ТКАНЯХ И ИЗДЕЛИЯХ С БИОСТОЙКОЙ ОТДЕЛКОЙ

4.1. Определение массовой доли меди

4.1.1. Отбор проб — по п. 3.1.1.

4.1.2. Применяемые аппаратура, реактивы и растворы — по п. 3.1.2.

4.1.3. Подготовка к испытанию — по п. 3.1.3.

4.1.4. Проведение испытания — по п. 3.1.4.

4.1.5. Обработка результатов — по п. 3.1.5.

4.2. Определение массовой доли меди методом электролиза

4.2.1. Метод отбора проб

От проб, отобранных по п. 1.1,берут две элементарные пробы массой 2—2,5 г каждая. Проба должна быть предварительно мелко нарезана и взвешена с погрешностью не более 0,0002 г.

4.2.2. Аппаратура и реактивы

Стаканы химические вместимостью 150 $см^3$ по ГОСТ 25336.

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

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

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

Эксикатор по ГОСТ 25336.

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

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

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

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2.3. Подготовка к испытанию

В стеклянный стакан вместимостью 150 $см^3$ наливают 80 $см^3$ дистиллированной воды, затем добавляют для пробы из льняных тканей и изделий 2,4 $см^3$ серной кислоты и 0,8 $см^3$ азотной кислоты, а для пробы из хлопчатобумажных тканей и изделий — 1,6 $см^3$ серной кислоты и 0,8 $см^3$ азотной кислоты.

Азотная кислота должна быть свежепрокипяченной для удаления окислов азота.

4.2.4. Проведение испытания

Отобранную пробу помещают в стакан с раствором, подготовленным по п. 4.2.3, и кипятят на электрической плитке в течение 2 мин. После этого раствор охлаждают до 80—85 °С и в стакан опускают предварительно взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г сетчатый катод, внутрь которого помещают испытываемый материал. Стакан должен стоять на деревянной подставке, которую можно легко убрать к концу электролиза.

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

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

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

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

4.2.5. Обработка результатов

Массовую долю меди (X_5) в процентах вычисляют по формуле

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

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

m_7 — масса чистого катода, г;

m_8 — постоянно сухая масса пробы, г.

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

4.3. Определение массовой доли окиси хрома

4.3.1. Отбор проб — по п. 3.1.1.

4.3.2. Применяемые аппаратура, реактивы и растворы — по п. 3.1.2.

4.3.3. Подготовка к испытаниям — по п. 3.1.3.

4.3.4. Проведение испытания — по п. 3.2.4.

4.3.5. Обработка результатов — по п. 3.2.5.

5. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ОКИСИ АЛЮМИНИЯ В ТКАНЯХ С ВОДООТТАЛКИВАЮЩЕЙ ОТДЕЛКОЙ

5.1. Определение массовой доли окиси алюминия с применением 8-оксихинолина

5.1.1. Метод отбора проб

От пробы, отобранной по п. 1.1, берут две элементарные пробы массой 5 г каждая. Пробы должны быть предварительно мелко нарезаны, взвешены с погрешностью не более 0,0002 г.

5.1.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Применяемая аппаратура — по п. 3.1.2.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч. д. а.

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

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

8-оксихинолин, ч. д. а., 3 %-ный раствор.

Кислота винная по ГОСТ 5817, ч. д. а.

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

Натрий серноватистокислый по СТ СЭВ 223—75, 0,1 н. раствор, ч. д. а.

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

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

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

5.1.3. Подготовка к испытанию

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

5.1.4. Проведение испытания

Для испытания берут 40 $см^3$ подготовленного раствора и дальнейшее испытание проводят, как указано в п. 3.3.3.

5.1.5. Обработка результатов — по п. 3.3.4.

5.2. Определение массовой доли окиси алюминия с применением трилона Б

5.2.1. Отбор проб — по п. 5.1.1.

5.2.2. Применяемые аппаратура, реактивы, растворы — по п. 3.4.2.

5.2.3. Подготовка к испытанию — по п. 3.1.3.

5.2.4. Проведение испытания

Пробу, отобранную по п. 5.1.1, сжигают в тигле до полного озоления. Золу осторожно переносят в стеклянный стакан или коническую колбу и растворяют горячим раствором соляной кислоты, затем раствор доводят до кипения, кипятят в течение 5 мин, после чего охлаждают, разбавляют дистиллированной водой до 100 $см^3$, прибавляют 2 г хлористого аммония, несколько капель раствора индикатора метилового красного и нагревают раствор до кипения. Далее в горячий раствор добавляют аммиак до перехода розовой окраски раствора в желтую и кипятят раствор еще 1—2 мин. Выпавший осадок гидрата окиси алюминия отфильтровывают и промывают на фильтре горячим 2 %-ным раствором хлористого аммония. Промытый осадок растворяют на фильтре горячим раствором соляной кислоты и хорошо промывают фильтр горячей дистиллированной водой. После чего фильтрат и промывные воды соединяют, охлаждают и прибавляют в колбу пипеткой 25 $см^3$ раствора трилона Б, несколько капель индикатора метилового красного и нейтрализуют по каплям раствором аммиака до перехода окраски раствора из красной в желтую. Затем прибавляют 2 $см^3$ уксусной кислоты, 10 $см^3$ раствора аммония уксуснокислого и 3—5 капель раствора гематоксилина. Раствор подогревают до кипения, при этом окраска раствора переходит из светло-желтой в оранжево-желтую (изменение окраски до фиолетовой означает, что взято недостаточное количество раствора трилона Б; в этом случае необходимо добавить пипеткой еще 10 $см^3$ раствора трилона Б). Горячий раствор титруют стандартным раствором сульфата алюминия до перехода окраски в красно-фиолетовую. Во время титрования температура в колбе с испытываемым раствором не должна быть ниже 70 °С.

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

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

5.2.5. Обработка результатов

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

$$X_6 = \frac{V''_{тр}\left(1 - \frac{V_6}{V_7}\right) \cdot 0{,}001019 \cdot 100}{m_9},$$

где $V''_{тр}$ — объем точно 0,02М раствора трилона Б, взятый для титрования, см^3;

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

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

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

m_9 — постоянно сухая масса пробы, г.

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

6. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ МЕДИ В ВЕРЕВОЧНЫХ И ДРУГИХ ИЗДЕЛИЯХ С БИОСТОЙКОЙ ОТДЕЛКОЙ

6.1. Метод отбора проб

От проб, отобранных по п. 1.1, берут две элементарные пробы массой по 10 г каждая для определения меди в веревке и две пробы массой по 5 г для определения меди в шнурах, шпагате, нитках и других изделиях.

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

6.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Применяемая аппаратура — по п. 3.1.2.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч., 0,02 н раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч. д. а.

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

Аммоний роданистый по нормативно-технической документации.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.3. Проведение испытания

Отобранную пробу сжигают в тигле до полного озоления. Золу осторожно переносят в стакан или коническую колбу и растворяют горячим раствором соляной кислоты, раствор доводят до кипения и кипятят 5 мин. К горячему раствору прибавляют 100 см^3 дистиллированной воды, снова нагревают и нейтрализуют аммиаком до полученной ярко-голубой окраски медноаммиачного комплекса.

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

Допускается определять содержание меди ускоренным методом.

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

6.4. Обработка результатов

Массовую долю меди (X_7) в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{V_8 \cdot 0{,}00127 \cdot 100}{m_{10}},$$

где V_8 — объем точно 0,2 н. раствора серноватистокислого натрия, см^3;

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

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

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

7. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ БИОЦИДОВ В ТКАНЯХ И ИЗДЕЛИЯХ С БИОСТОЙКОЙ ФУНГИЦИДНОЙ ОТДЕЛКОЙ

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

7.1.1. Метод отбора проб

От проб, отобранных по п. 1.1, берут две элементарные пробы массой 2,5 г каждая, взвешенные с погрешностью не более 0,0002 г.

7.1.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Колбы мерные вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Стаканы химические вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Воронки химические стеклянные по ГОСТ 25336.

Пипетки на 5, 10, 15, 20, 25 $см^3$ по нормативно-технической документации.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336.

Стекла часовые по ГОСТ 25336.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Аппарат Сокслета, состоящий из:

холодильника стеклянного типа ХШ-КШ по ГОСТ 25336;

насадки для экстрагирования по ГОСТ 25336;

колбы плоскодонной типа ПКШ по ГОСТ 25336.

Баня песчаная электрическая, обеспечивающая заданные температурные параметры, по нормативно-технической документации.

Колориметр фотоэлектрический типа ФЭК-М56 по ТУ 3.3.1860.

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

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Спирт этиловый синтетический технический по ОСТ 38.02386.

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

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

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

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

7.1.3. Подготовка к испытанию

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

Предварительно строят концентрационную кривую стандартного раствора. Для этого в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$ последовательно добавляют 10 $см^3$ 0,1 %-ного спиртового раствора биоцида, 15 $см^3$ 1 %-ного раствора диазоля розового О — для салициланилида и 20 $см^3$ для оксидифенила и его смеси с салициланилидом, 25 $см^3$ 1 %-ного раствора фосфорнокислого трехзамещенного натрия — для салициланилида или 20 $см^3$ 5 %-ного раствора фосфорнокислого трехзамещенного натрия — для оксидифенила и его смеси с салициланилидом.

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

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

7.1.4. Проведение испытания

Пробу, отобранную по п. 7.1.1, экстрагируют в аппарате Сокслета этиловым спиртом не менее 8 циклов. Полученный экстракт (20—30 $см^3$) количественно переносят в мерную колбу вместимос-

тью 250 см^3. Колбу от экстракта промывают небольшими порциями по 5—7 см^3 этилового спирта и присоединяют к предыдущему экстракту. Затем добавляют к нему 15 см^3 1 %-ного раствора диазоля розового О для салициланилида и 20 см^3 для оксидифенила и его смеси с салициланилидом, 25 см^3 1 %-ного раствора фосфорнокислого трехзамещенного натрия — для салициланилида или 20 см^3 5 %-ного раствора фосфорнокислого трехзамещенного натрия для оксидифинила и его смеси с салициланилидом и оставляют стоять 30 мин до полного проявления окраски. Через 30 мин доводят объем окрашенного раствора до метки 0,4 %-ным раствором Превоцела ЕО, хорошо перемешивают и измеряют оптическую плотность.

7.1.5. Обработка результатов

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

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

где Y — количество биоцида по концентрационной кривой, мг;

250 — первоначальный объем окрашенного раствора, см^3;

C — разбавление;

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

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

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

7.2.1. Метод отбора проб

От проб, отобранных по п. 1.1, берут две элементарные пробы массой 2,5 г каждая, разрезают на части размером 10 × 10 мм и взвешивают с погрешностью до 0,002 г.

7.2.2. Применяемые реактивы и растворы — по п. 7.1.2.

7.2.3. Проведение испытания

Пробу, приготовленную по п. 7.2.1, помещают в химический стакан вместимостью 25 см^3 и заливают 10 см^3 этилового спирта и оставляют на 30 мин, накрыв стаканчик часовым стеклом. Затем раствор фильтруют через бумажный фильтр, промывают пробу 5 см^3 спирта и также фильтруют. К 10 см^3 фильтрата добавляют 15 см^3 1 %-ного раствора диазоля розового О — для салициланилида и 20 см^3 — для оксидифенила и его смеси с салициланилидом, 25 см^3 1 %-ного раствора фосфорнокислого трехзамещенного натрия — для салициланилида или 20 см^3 5 %-ного раствора фосфорнокислого трехзамещенного натрия — для оксидифенила и его смеси с салициланилидом.

7.2.4. *Обработка результатов*

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

7.3. Определение массовой доли салициланилида на льняных изделиях

7.3.1. Метод отбора проб

От проб, отобранных по п. 1.1, берут две элементарные пробы массой по 10 г каждая. Пробы должны быть мелко нарезаны и взвешены с погрешностью не более 0,002 г.

7.3.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Аппарат Сокслета, состоящий из:

шарикового холодильника типа ХШ—КШ по ГОСТ 25336;

плоскодонной колбы типа ПКШ по ГОСТ 25336;

насадки для экстрагирования по ГОСТ 25336.

Баня песчаная электрическая или водяная по нормативно-технической документации.

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

Колбы конические вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336.

Цилиндры вместимостью 25 см^3 по ГОСТ 1770.

Секундомер.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Бумага индикаторная по нормативно-технической документации.

Спирт этиловый синтетический технический по ОСТ 38.02386.

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

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

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

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

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по СТ СЭВ 223—75, 0,1 н. раствор, ч. д. а.

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

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

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

7.3.3. Проведение испытания

Пробу, отобранную по п. 7.3.1, помещают в гильзу из фильтровальной бумаги и экстрагируют в аппарате Сокслета этиловым спиртом не менее 30 циклов. По окончании экстрагирования спирт отгоняют на том же аппарате Сокслета.

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

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

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

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

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

7.3.4. Обработка результатов

Массовую долю салициланилида (X_9) в процентах вычисляют по формуле

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

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

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

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

0,00355 — количество салициланилида, соответствующее 1 $см^3$ 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия, г;

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

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

7.4. Определение массовой доли 8-оксихинолината меди

7.4.1. Метод отбора проб

От проб, отобранных согласно п. 1.1, берут две элементарные пробы массой по 1—1,5 г. Пробы должны быть мелко нарезаны и взвешены с погрешностью до 0,002 г.

7.4.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Колбы конические вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 25336.

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

Пипетки на 5, 10, 15, 20, 25 см^3 по нормативно-технической документации.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336.

Фильтры стеклянные № 1 и 2 по ГОСТ 25336.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Секундомер.

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

Термометр по ГОСТ 28498.

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

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

8-оксихинолинат меди по нормативно-технической документации, х. ч., 0,1 %-ный раствор в 2,5 н. растворе соляной кислоты; готовят следующим образом: 0,1 г 8-оксихинолината меди растворяют в горячем растворе 2,5 н. соляной кислоты. Раствор фильтруют через стеклянный фильтр № 1 или 2 и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки холодным раствором 2,5 н. соляной кислоты. Приготовленный раствор используют для построения концентрационной кривой стандартного раствора.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

7.4.3. Подготовка к испытанию

Предварительно строят концентрационную кривую стандартного раствора. Для этого 0,1 %-ный раствор 8-оксихинолината меди, приготовленный по п. 7.4.2, разбавляют 2,5 н. соляной кислотой в соотношении 5:250; 10:250; 15:250; 20:250; 25:250 и измеряют оптическую плотность на спектрофотометре типа СФ-4 при длине волны 365 нм. По полученным данным строят график, откладывая на горизонтальной оси значения концентрации 8-оксихинолината меди в растворе соляной кислоты в мг/дм^3, а на вертикальной оси — полученные значения оптической плотности растворов.

7.4.4. Проведение испытания

Пробу, отобранную по п. 7.4.1, экстрагируют в колбе вместимостью 100 см^3, 25 см^3 2,5 н. раствора соляной кислоты при температуре 80—90 °С в течение 15—20 мин. Эту операцию повторяют три раза. Экстракты собирают и фильтруют через стеклянный фильтр № 1 или 2. Фильтр промывают свежей порцией соляной кислоты и присоединяют к фильтрату. Полученный раствор переносят в мерную колбу, доводят объем до 100 см^3 и измеряют оптическую плотность на спектрофотометре типа СФ-4 или фотоэлектрическом колориметре при длине волны 365 нм в кювете вместимостью 1 см^3.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

7.4.5. Обработка результатов

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

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

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

100 — объем испытуемого раствора, см^3;

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

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

8. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ НЕЙТРАЛЬНЫХ СОЛЕЙ СЕРНОЙ КИСЛОТЫ В ПЕРЕСЧЕТЕ НА ИОН SO_3 В ТКАНЯХ И ИЗДЕЛИЯХ С ОТДЕЛКОЙ

8.1. Органолептический метод определения количества нейтральных солей серной кислоты

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

8.1.1 Отбор проб — по п. 2.1.1.

8.1.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Пробирки стеклянные по ГОСТ 25336.

Стаканы химические вместимостью 200 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

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

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

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

8.1.3. Подготовка к испытанию

Отобранную пробу экстрагируют горячей дистиллированной водой по п. 2.4.3. Полученный водный экстракт используют для испытания

8.1.4. Проведение испытания

В две пробирки из одного сорта стекла, одинаковых вместимостью и диаметром наливают по 5 $см^3$ раствора: в одну — отфильтрованный раствор, полученный по п. 8.1.3, в другую — контрольный раствор с определенным, в соответствии с таблицей, содержанием серной кислоты.

Номер раствора	Содержание серной кислоты, г/$дм^3$	Раствор соответствует содержанию иона SO_3, % от постоянно сухой массы испытуемого материала	Номер раствора	Содержание серной кислоты, г/$дм^3$	Раствор соответствует содержанию иона SO_3, % от постоянно сухой массы испытуемого материала
1	0,06125	0,05	6	0,3675	0,30
2	0,1225	0,10	7	0,4288	0,35
3	0,1838	0,15	8	0,4900	0,40
4	0,2450	0,20	9	0,5513	0,45
5	0,3063	0,25	10	0,6125	0,50

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

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

Сравнивая испытываемый раствор с контрольными растворами, определяют, к какому из них ближе всего подходит по интенсивности помутнения испытываемый раствор.

8.2. Весовой метод определения массовой доли нейтральных солей серной кислоты

8.2.1. Метод отбора проб

От проб, отобранных по п. 1.1, отбирают две элементарные пробы массой по 5 г. Проба должна быть предварительно мелко нарезана и взвешена с погрешностью не более 0,0002 г.

8.2.2. Аппаратура, реактивы, растворы

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

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336.

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

Воронка фарфоровая по ГОСТ 9147.

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

Капельница стеклянная по ГОСТ 25336.

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

Тигли фарфоровые № 4 по ГОСТ 9147.

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

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

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

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

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

8.2.3. Проведение испытания

Отобранную пробу кипятят в 150 $см^3$ дистиллированной воды в течение 30 мин, после чего раствор фильтруют через фарфоровую воронку, промывают на фильтре горячей водой и общий объем фильтрата доводят выпариванием приблизительно до 25 $см^3$. Затем фильтрат подкисляют 2—3 каплями соляной кислоты и осаждают на кипу 10 $см^3$ горячего раствора хлористого бария. Осадок оставляют в покое на 12—15 ч, затем фильтруют через плотный фильтр, промывают холодной дистиллированной водой до исчезновения реакции на хлор (проба с азотнокислым серебром) и прокаливают в муфельной печи до постоянно сухой массы.

8.2.4. Обработка результатов

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

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

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

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

m_{15} — постоянно сухая масса пробы.

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

9. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ВЕЩЕСТВ, ЭКСТРАГИРУЕМЫХ БЕНЗОЛОМ ИЛИ ЭТИЛОВЫМ ЭФИРОМ, В ТКАНЯХ И ИЗДЕЛИЯХ С ОТДЕЛКОЙ И БЕЗ ОТДЕЛКИ

9.1. Метод отбора проб

От проб, отобранных по п. 1.1, берут по две элементарные пробы массой по 5 г каждая. Пробы должны быть предварительно мелко нарезаны и взвешены с погрешностью не более 0,0002 г.

9.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336.

Аппарат Сокслета, состоящий из:

холодильника шарикового типа ХШ-КШ по ГОСТ 25336,

насадки для экстрагирования типа НЭ по ГОСТ 25336,

колбы плоскодонной типа ПКШ по ГОСТ 25336.

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

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

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

Баня водяная по нормативно-технической документации.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Бензол по ГОСТ 5955.

Эфир этиловый по ГОСТ 8981.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

9.3. Проведение испытания

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

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

9.4. Обработка результатов

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

$$X_{12} = \frac{m_{16} \cdot 100}{m_{17}},$$

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

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

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

10. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИСУТСТВИЯ СВОБОДНОГО ХЛОРА В ОТБЕЛЕННЫХ ТКАНЯХ И ИЗДЕЛИЯХ

10.1. Метод отбора проб

От проб, отобранных по п. 1.1, берут две элементарные пробы массой по 0,1—0,2 г.

10.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Пробирки по ГОСТ 25336.

Цилиндры вместимостью 10 см^3 по ГОСТ 1770.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336.

Капельница по ГОСТ 25336.

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

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

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

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

10.3. Проведение испытания

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

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

Метод следует применять до аппретирования тканей и изделий.

11. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИСУТСТВИЯ СЕРНИСТОГО НАТРИЯ В ОКРАШЕННЫХ НИТКАХ

11.1. Метод отбора проб

От проб, отобранных по п. 1.1, с каждой паковки отбирают две элементарные пробы в виде моточков ниток массой по 10 г.

11.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные равноплечие 2-го класса с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Колбы конические вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336.

Стаканы химические вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336.

Пробирки химические по ГОСТ 25336.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027, 10 %-ный раствор, ч. д. а.

11.3. Проведение испытания

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

Появление черного осадка сернистого свинца указывает на присутствие в нитках сернистого натрия. За результат испытания принимают присутствие или отсутствие сернистого натрия. При

расхождении результата испытания на двух элементарных пробах анализ должен быть повторен на вновь отобранных пробах. За окончательный результат испытания принимают наихудший результат повторных испытаний.

12. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ АППРЕТА НА ОСНОВЕ ВОДОРАСТВОРИМЫХ ПРОДУКТОВ И КРАХМАЛА В ТКАНЯХ И ИЗДЕЛИЯХ С ОТДЕЛКОЙ

12.1. Метод отбора проб

От проб, отобранных по п. 1.1, берут по две элементарные пробы массой по 5 г.

12.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336.

Стаканы химические стеклянные вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336.

Стаканы фарфоровые вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 9147.

Палочки стеклянные по ГОСТ 25336.

Шкаф сушильный, обеспечивающий заданные температурные параметры.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

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

Бумага йодокрахмальная по нормативно-технической документации.

Хлорамин Т или Б по нормативно-технической документации или монохлорамин ХБ по ГОСТ 14193.

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

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165, ч. д. а.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

12.3. Подготовка к испытанию

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

12.4. Проведение испытания

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

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

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

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

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

12.5. Обработка результатов

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

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

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

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

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

13. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ АППРЕТОВ В ТКАНЯХ И ИЗДЕЛИЯХ С МАЛОСМИНАЕМОЙ, МАЛОУСАДОЧНОЙ, МАЛОСМЫВАЕМОЙ ОТДЕЛКАМИ И СТОЙКИМИ КАЛАНДРОВЫМИ ЭФФЕКТАМИ НА ОСНОВЕ АЗОТСОДЕРЖАЩИХ СМОЛ МЕТОДОМ КИСЛОТНОГО ГИДРОЛИЗА

13.1. Метод отбора проб

От проб, отобранных по п. 1.1, берут две элементарные пробы массой по 2 г.

13.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336.

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

Цилиндры по ГОСТ 1770.

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

Секундомер.

Шкаф сушильный, обеспечивающий заданные температурные параметры.

Термометр по ГОСТ 28498.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Метиловый оранжевый по ТУ 609—6171, 0,02 %-ный раствор.

Тонкомоющее средство «Лотос» по нормативно-технической документации, 0,2 %-ный раствор; готовят следующим образом: берут 2 г препарата и растворяют его в небольшом количестве воды и после растворения доводят раствор водой до объема 1000 $см^3$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

13.3. Проведение испытания

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

Промытую и высушенную пробу помещают в химический стакан и обрабатывают 100 $см^3$ 1 %-ного раствора соляной кислоты в течение 30 мин при температуре (70 ± 2) °С. После этого сливают раствор соляной кислоты и промывают пробу два раза теплой водой (40 ± 2) °С и два раза холодной водой (20 ± 2) °С. Полноту отмывки соляной кислоты проверяют в промывной воде и на пробе с раствором индикатора — метилового оранжевого. Отсутствие появления розовой окраски от прибавления 2—3 капель раствора метилового оранжевого свидетельствует о полном удалении соляной кислоты

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

13.4. Обработка результатов

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

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

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

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

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

14. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ АППРЕТА (ПОЛИЭТИЛЕНА И ПОЛИВИНИЛАЦЕТАТА) В ТКАНЯХ И ИЗДЕЛИЯХ С МАЛОСМЫВАЕМЫМ АППРЕТОМ

14.1. Метод отбора проб

От проб, отобранных по п. 1.1, берут две элементарные пробы массой 5 г каждая.

14.2. Аппаратура, реактивы

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336.

Аппарат Сокслета, состоящий из

холодильника ХШ-КШ по ГОСТ 25336;

насадки для экстрагирования типа НЭ по ГОСТ 25336;

колбы плоскодонной типа ПКШ по ГОСТ 25336.

Баня песчаная электрическая по нормативно-технической документации.

Шкаф сушильный, обеспечивающий заданные температурные параметры.

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

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

14.3. Подготовка к испытанию

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

14.4. Проведение испытания

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

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

14.5. Обработка результатов

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

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

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

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

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

15. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ВИСКОЗНОГО И ПОЛИЭФИРНОГО ВОЛОКНА В СМЕСИ С ХЛОПКОМ И ЛЬНОМ В ЛЕНТЕ, РОВНИЦЕ, ПРЯЖЕ, ТКАНЯХ И ШТУЧНЫХ ИЗДЕЛИЯХ (В ТОМ ЧИСЛЕ НИТКАХ) СУРОВЫХ ИЛИ ПРОШЕДШИХ ОБРАБОТКУ (ОТВАРКУ, МЕРСЕРИЗАЦИЮ, ОТБЕЛКУ)

15.1. Метод отбора проб

От проб, отобранных по п. 1.1, берут:

для ткани из смеси химических волокон две элементарные пробы в виде квадратов массой не менее 5 г каждая таким образом, чтобы нити основы и утка одной пробы не являлись продолжением нитей основы и утка другой пробы;

для пряжи, ниток, ленты и ровницы из смеси химических волокон с хлопком — две элементарные пробы не менее 5 г каждая из разных мест;

для ткани из смеси полиэфирного волокна с льном — две элементарные пробы массой не менее 1 г каждая в виде квадратов, вырезанных в любом месте. От набивных тканей пробы отбирают на участках ткани без рисунков. У проб, отобранных от аппретированных тканей, предварительно снимают аппрет (п. 12.4);

для пряжи, ленты и ровницы из смеси полиэфирного волокна со льном — две элементарные пробы массой не менее 1 г каждая, вырезанных в любом месте. Пробы измельчают на отрезки не более 5 см.

15.2. Аппаратура, реактивы, материалы

Цилиндр вместимостью 50, 100, 250 см^3 по ГОСТ 1770.

Бумага йодокрахмальная по нормативно-технической документации.

Весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 20 г по ГОСТ 24104.

Капельница стеклянная по ГОСТ 25336.

Стакан химический вместимостью 100 см^3, 200 см^3 по ГОСТ 25336.

Аппарат Сокслета, состоящий из холодильника стеклянного типа ХШ-КШ по ГОСТ 25336, плоскодонной колбы типа П-2 по ГОСТ 25336, насадки для экстрагирования типа НЭ по ГОСТ 25336.

Насос водоструйный лабораторный по ГОСТ 23932.

Эксикатор, содержащий хлористый кальций, по ГОСТ 25336.

Колба коническая с притертой пробкой вместимостью 100 $см^3$, 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Термометр по ГОСТ 28498.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Шкаф сушильный, обеспечивающий заданные температурные параметры.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Воронка стеклянная по ГОСТ 23932.

Воронка фильтрующая типа ВФ с размером пор 100—160 мкм по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336.

Баня водяная по нормативно-технической документации.

Холодильник обратный по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные по ГОСТ 25336.

Металлическая сетка по ГОСТ 6613, номер сетки 0,4—0,5

Стекла покровные для микропрепаратов по ГОСТ 6672.

Стекла предметные для микропрепаратов по ГОСТ 9284.

Микроскоп световой биологический по нормативно-технической документации с увеличением 250—300.

Хлорамин Т или Б по нормативно-технической документации.

Натрия гидроокись (натр едкий) по ГОСТ 4328.

Смачиватель неиогенный типа Синтанол ДС-10 по нормативно-технической документации.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 20 %.

Кислота муравьиная по ГОСТ 5848.

Цинк хлористый по ГОСТ 4529, раствор с массовой долей 20 % в муравьиной кислоте (см. приложение 1).

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Йод по ГОСТ 4159, раствор с массовой долей 0,1 % готовят следующим образом: 0,1 г кристаллического йода и 1,5 г йодистого калия растворяют в небольшом количестве воды и затем дополняют водой до объема 100 $см^3$.

Серная кислота по ГОСТ 4204.

раствор с массовой долей 75 %;

раствор с массовой долей 70 %.

Бензол по ГОСТ 5955.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей 10 %.

15.3. Подготовка к испытанию

15.3.1. *Подготовка к испытаниям при определении массовой доли вискозного волокна в смеси с хлопком и полиэфирного волокна в смеси с хлопком*

Перед проведением анализа волокна должны быть идентифицированы под микроскопом.

Элементарные пробы текстильных материалов (пряжа, ткани), прошедших обработку, не содержащих шлихту, подвергаются дальнейшим испытаниям без предварительной подготовки. Объединенные элементарные пробы суровых текстильных материалов подвергают предварительной подготовке в соответствии с п. 12.4. Затем пробы экстрагируют в аппарате Сокслета четыреххлористым углеродом в течение 1 ч со скоростью 6 циклов в час. Дают возможность четыреххлористому углероду испариться, переносят пробы в химический стакан вместимостью 250 $см^3$ и промывают холодной и горячей водой при модуле 100:1. Пробы высушивают в сушильном шкафу при температуре (100 ± 5) °С до постоянной массы и охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры.

Подготовка ниток по п. 16.3.

15.3.2. *Подготовка к испытаниям при определении массовой доли полиэфирного волокна в смеси со льном*

Элементарные пробы взвешивают.

Элементарные пробы суровых текстильных материалов подвергают экстрагированию бензолом для удаления воскообразных веществ в аппарате Сокслета. Пробы помещают в гильзу из фильтро-

вальной бумаги, которую затем вносят в среднюю часть аппарата. В колбу аппарата наливают растворителя на 50—60 см^3 больше объема экстрактора. Экстрагирование ведут в течение 6—8 ч не менее 24 циклов. Нагревание ведут на кипящей бане. После экстрагирования гильзу с навеской удаляют. Навеску высушивают на воздухе.

Примечание. Элементарные пробы отбеленного, отваренного материала экстрагированию не подвергаются.

15.4. Проведение испытаний

15.4.1. *Проведение испытаний при определении массовой доли вискозного волокна в смеси с хлопком*

От элементарной пробы, подготовленной по п. 15.3.1, отбирают пробу массой около 1 г каждая и взвешивают. Пробу помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 100 см^3 раствора хлористого цинка в муравьиной кислоте, предварительно нагретого до температуры (40 ± 2) °С. Колбу закрывают пробкой и встряхивают ее. Колбу с содержимым оставляют в покое на 2 ч при температуре (40 ± 2) °С, дважды встряхивая ее в течение этого времени, через интервалы времени в 45 мин. Содержимое колбы переносят в высушенную до постоянно сухой массы фильтрующую воронку, соединенную с водоструйным насосом и отфильтровывают раствор хлористого цинка в муравьиной кислоте. Остатки на стенках колбы смывают на фильтр 10—15 см^3 раствора. Тщательно промывают осадок на фильтре дистиллированной водой при температуре (40 ± 2) °С, затем 100 см^3 холодного раствора аммиака и холодной дистиллированной водой. Отсасывание не применяют до тех пор, пока промывной раствор не стечет под действием силы тяжести.

Воронку с остатком высушивают до постоянно сухой массы в сушильном шкафу при температуре (100 ± 5) °С.

15.4.2. *Проведение испытаний при определении массовой доли полиэфирного волокна в смеси с хлопком*

От каждой элементарной пробы, подготовленной по п. 15.3, отбирают пробу массой около 1 г каждая. Проба должна быть взвешена. Пробу помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 200 см^3 раствора серной кислоты с массовой долей 75 %. Колба закрывается пробкой и стряхивается для смачивания волокна. Температура раствора поддерживается (50 ± 2) °С в течение 60 мин, содержимое колбы встряхивают в течение этого времени с интервалом 10 мин.

Содержимое колбы переносят в высушенную до постоянно сухой массы фильтрующую воронку, соединенную с водоструйным насосом. Промывают осадок неоднократным наполнением воронки серной кислотой с массовой долей 75 %. Остатки на стенках колбы смывают на фильтр раствором серной кислоты той же концентрации. Осадок на фильтре тщательно промывают дистиллированной водой, затем 100 см^3 раствора аммиака и холодной водой. Отсасывание не осуществляется до тех пор, пока промывной раствор не стечет под действием силы тяжести. Высушивают до постоянно сухой массы в сушильном шкафу при температуре (100 ± 5) °С.

15.4.3. *Проведение испытаний при определении массовой доли полиэфирного волокна в смеси со льном*

Элементарную пробу, подготовленную по п. 15.3.2, помещают в стакан вместимостью 100 см^3, добавляют 40 см^3 раствора серной кислоты с массовой долей 70 %, нагревают на водяной бане до температуры (40 ± 2) °С и при этой температуре растворяют целлюлозный компонент в течение 30 мин, постоянно перемешивая. Содержимое из стакана переносят в колбу вместимостью 200—250 см^3. Стакан и термометр тщательно ополаскивают горячей дистиллированной водой и сливают воду в колбу. Объем жидкости в колбе доводят до 150 см^3, колбу присоединяют к обратному холодильнику, нагревают на кипящей водяной бане в течение 30 мин, затем сливают через металлическую сетку. К остатку в колбе добавляют небольшое количество горячей дистиллированной воды, встряхивают и декантируют через сетку. Промывание повторяют несколько раз до полного удаления сульфат-ионов (проба по 10 %-ному раствору хлористого бария) и негидролизованного остатка целлюлозного компонента (визуально). Нерастворившиеся волокна полиэфира смывают на сетку горячей дистиллированной водой. Отмытый остаток переносят пинцетом в стаканчик для взвешивания, высушенный до постоянно сухой массы, и высушивают в сушильном шкафу при температуре (100 ± 5) °С до постоянной массы. В случае попадания частиц негидролизованного остатка целлюлозного компонента на полиэфирное волокно необходимо выбрать их после подсушивания пинцетом.

15.5. Обработка результатов

15.5.1. *Обработка результатов при определении массовой доли вискозного волокна в смеси с хлопком*

Массовую долю вискозного волокна (X_{16}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{16} = \frac{m_{25} - m_{24}d}{m_{25}} \cdot 100,$$

где m_{24} — масса постоянно сухого остатка, г;

m_{25} — масса постоянно сухой элементарной пробы до испытания, г;

d — поправочный коэффициент на изменение массы хлопка при анализе, который равен 1,04 для сурового хлопка и 1,02 для хлопка, прошедшего предварительную обработку.

Вычисление проводят с точностью до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака. За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух определений.

15.5.2 *Обработка результатов при определении массовой доли полиэфирного волокна в смеси с хлопком.*

Массовую долю полиэфирного волокна в смеси с хлопком (X_{17}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{17} = \frac{m_{27}}{m_{26}} \cdot 100,$$

где m_{27} — масса постоянно сухого остатка, г;

m_{26} — масса постоянно сухой элементарной пробы до испытания, г.

Вычисление проводят с точностью до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака. За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух испытаний.

15.5.3. *Обработка результатов при определении массовой доли полиэфирного волокна в смеси со льном.*

Массовую долю полиэфирного компонента (X_{18}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{18} = \frac{m_{29}}{m_{28}} \cdot 100,$$

где m_{29} — масса постоянно сухого остатка после обработки навески серной кислотой, г;

m_{28} — масса постоянно сухой навески, г

равная $\frac{100 \cdot g}{100 + W}$;

g — масса воздушно-сухой навески, г;

W — влажность материала, %.

Определение влажности материала проводится параллельно с анализом на отдельных навесках.

За окончательный результат испытаний принимают среднее арифметическое результатов двух определений, вычисленное с точностью до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

16. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТЕПЕНИ МЕРСЕРИЗАЦИИ ТКАНИ, ПРЯЖИ И ИЗДЕЛИЙ ХЛОПЧАТОБУМАЖНЫХ И ХЛОПКОПОЛИЭФИРНЫХ

16.1. Метод отбора проб

От проб, отобранных по п. 1.1, берут две элементарные пробы массой 5 г каждая.

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

16.2. Аппаратура, реактивы, материалы

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

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

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

Электрический утюг по ГОСТ 307.1 — ГОСТ 307.2 или другой нормативно-технической документации.

Линейка по ГОСТ 427.

Секундомер.

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

Эксикатор по ГОСТ 25336.

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

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

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

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

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.

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

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Хлорамин Т или хлорамин Б по нормативно-технической документации.

Бария гидроокись по ГОСТ 4107, раствор молярной концентрации 0,13 моль/$дм^3$ в соответствии с приложением 2.

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

Фенолфталеин по ТУ 6—09—5360, раствор с массовой долей 0,1 %.

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

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

16.3. Подготовка к испытанию

Перед определением баритового числа испытуемые и контрольные пробы, независимо от вида отделки, подвергают предварительной подготовке для удаления шлихты и придания им способности смачиваться раствором едкого бария.

В фарфоровый или стеклянный стакан наливают раствор едкого натра массовой концентрации 3 г/$дм^3$ и нагревают его до (98 ± 2) °С, добавляют хлорамин *Т* из расчета 3 г/$дм^3$, перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения хлорамина *Т*. Затем в раствор быстро погружают две элементарные пробы. Модуль ванны 1:20. Пробу кипятят в течение 10 мин. Вынимают, отмывают от щелочи горячей и холодной проточной водой, отжимают вручную и погружают в кипящий раствор смачивателя массовой концентрации 2 г/$дм^3$. Кипятят в течение 5 мин с последующей промывкой горячей и холодной проточной водой и обработкой уксусной кислотой массовой концентрации (0,7 ± 0,2) г/$дм^3$ при температуре (20 ± 2) °С в течение 5 мин при модуле ванны 1:20. Затем промывают холодной проточной водой до нейтральной реакции, окончательную пробу промывают дистиллированной водой.

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

В случае недостаточно полного удаления крахмала операцию подготовки следует повторить.

Подготовленную пробу ткани высушивают глажением утюгом через неаппретированный миткаль.

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

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

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

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

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

16.4. Проведение испытаний

От элементарных испытуемых и контрольных проб, подготовленных по п. 16.3 взвешивают пробу массой 2 г, помещают ее в плоскодонную колбу и приливают из бюретки (30 ± 0,05) $см^3$ раствора гидроокиси бария молярной концентрации 0,13 моль/$дм^3$. Одновременно такое же количество гидроокиси бария наливают в колбу без пробы. Все колбы плотно закрывают пробками,

энергично встряхивают и устанавливают вдали от нагревательных приборов на 2 ч. Через каждые 10—15 мин колбы встряхивают.

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

16.5. Обработка результатов

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

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

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

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

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

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

$$Б_{цел} = \frac{Б \cdot 100 - 7P}{100 - P},$$

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

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

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

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

Разд. 15, 16. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

17. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОЛИЧЕСТВА СВОБОДНОГО ФОРМАЛЬДЕГИДА В ТКАНЯХ И ИЗДЕЛИЯХ ИЗ НИХ С ОТДЕЛКАМИ НА ОСНОВЕ ФОРМАЛЬДЕГИДСОДЕРЖАЩИХ СМОЛ

17.1. Метод отбора проб

Отбор проб — по ГОСТ 20566 со следующим дополнением:

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

Элементарную пробу взвешивают с погрешностью ± 0,001 г.

17.2. Аппаратура, реактивы, растворы

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

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

Пипетки на 1, 2, 5, 10, 20 $см^3$ по нормативно-технической документации.

Фильтры стеклянные № 1 или № 22 по ГОСТ 23932.

Термометр по ГОСТ 28498.

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

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

Баня водяная по нормативно-технической документации.

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

Ацетилацетон по 10259, ч. д. а.

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

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

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

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, х. ч.

Формалин технический по ГОСТ 1625.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

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

Натрий сернистокислый (сульфат натрия) по ГОСТ 195, ч. д. а. или натрий сернистокислый 7-водный по нормативно-технической документации, ч. д. а., раствор готовят непосредственно перед проведением анализа из расчета 126 г безводного сульфита натрия для 252 г кристаллического, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 дм^3 с последующим тщательным перемешиванием.

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

17.3. Построение калибровочного графика

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

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

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

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

$$C_1 = \frac{V_3 \cdot 0{,}003003 \cdot 1000}{25},$$

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

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

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

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

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

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

Если концентрация формальдегида в растворе 1 составляла 2,0 г/дм^3, то количество формальдегида в приготовленных стандартных растворах соответственно 0,20; 0,40; 1,0; 1,4; 2,0 мг/дм^3.

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

17.4. Проведение испытаний

Элементарные пробы, отобранные по п. 17.1 взвешивают, разрезают на части размером 1 $см^2$ и помещают каждую в коническую колбу с притертой пробкой, заливают 20 $см^3$ дистиллированной воды (это количество отбирают пипеткой). Если кусочки ткани плохо смачиваются водой, то необходимо добавить 1—2 капли раствора смачивателя типа сульфосида 31 концентрацией около 100 $г/дм^3$. Колбы помещают на водяную баню и выдерживают при температуре (40 ± 2) °С в течение 60 мин при помешивании через каждые 5 мин. Затем сразу раствор фильтруют через стеклянный фильтр, после чего в коническую колбу с притертой пробкой отбирают от каждой пробы 5—10 $см^3$ фильтрата (в зависимости от содержания формальдегида), добавляют 10 $см^3$ ацетилацетоновой смеси и выдерживают 30 мин при температуре (40 ± 2) °С, охлаждают при температуре 18—25 °С. Содержимое конических колб без потерь переносят в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки дистиллированной водой.

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

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

Если требуется доказать, что оптическая плотность испытываемых растворов обусловлена только наличием в них формальдегида, то проводят дополнительные испытания согласно приложению 3.

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

При возникновении разногласий между изготовителем и потребителем применяют спектрофотометр.

17.5. Обработка результатов

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

$$C_2 = \frac{20 \cdot 100 \cdot C_ф}{V_4 \cdot m_{30}},$$

где $C_ф$ — количество формальдегида, найденное по калибровочному графику, $мг/дм^3$;

V_4 — объем фильтрата, взятый на анализ, $см^3$;

m_{30} — масса элементарной пробы, г;

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

100 — вместимость колбы, $см^3$.

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

Результаты испытаний записывают в протокол по форме, указанной в приложении 4.

Разд. 17. **(Введен дополнительно, Изм. № 3).**

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

Раствор хлористого цинка в муравьиной кислоте готовят следующим образом: 20 г безводного хлористого цинка растворяют в 68 г безводной муравьиной кислоты и разбавляют водой до общей массы 100 г. При приготовлении раствора необходимо учитывать плотность взятой муравьиной кислоты и разбавление проводят согласно таблице.

Количественное соотношение компонентов раствора хлористого цинка в муравьиной кислоте в зависимости от плотности муравьиной кислоты при весовой части хлористого цинка, равной 0,2

Плотность муравьиной кислоты при 20 °С	Массовая доля кислоты, %	Весовая часть муравьиной кислоты, г	Объемная часть муравьиной кислоты, $см^3$, при 20 °С	Объемная часть воды, $см^3$, при 20 °С
1,1953	85	0,8000	0,6692	0,0000
1,1976	86	0,7906	0,6601	0,0094
1,1994	87	0,7816	0,6516	0,0184
1,2012	88	0,7727	0,6432	0,0273
1,2028	89	0,7640	0,6531	0,0360
1,2044	90	0,7555	0,6272	0,0445
1,2059	91	0,7472	0,6196	0,0528
1,2078	92	0,7391	0,6119	0,0609
1,2099	93	0,7311	0,6042	0,0689
1,2117	94	0,7234	0,5970	0,0766
1,2140	95	0,7157	0,5895	0,0843
1,2158	96	0,7083	0,5825	0,0917
1,2170	97	0,7010	0,5760	0,0990
1,2183	98	0,6938	0,5694	0,1062
1,2202	99	0,6868	0,5628	0,1132
1,2212	100	0,6800	0,5568	0,1200

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ 0,13 МОЛЬ/$ДМ^3$ РАСТВОРА ГИДРООКИСИ БАРИЯ

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

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

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

ПРИЛОЖЕНИЯ 1, 2. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Рекомендуемое

ПРОВЕРКА ПРОБЫ С ДИМЕДОНОМ

Аппаратура и реактивы

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

Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия по ГОСТ 18300.

Аппаратура по п. 17.2.

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

Измеряют оптическую плотность, используя в качестве раствора сравнения пробу «холостой опыт» (п. 17.4).

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

ПРИЛОЖЕНИЕ 4
Обязательное

ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЙ

Наименование предприятия

Наименование ткани, артикул

Вид отделки

Количество формальдегида, мкг/г

Дата Подпись

ПРИЛОЖЕНИЯ 3, 4. **(Введены дополнительно, Изм. № 3).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством легкой промышленности СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.01.83 № 491**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 6303—72, ГОСТ 15160—69 в части разд. 3, ГОСТ 8205—87 в части метода определения степени мерсеризации**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8.520—84	16.2	ГОСТ 6709—72	2.1.2, 2.2.2, 2.3.2, 2.4.2, 3.1.2, 3.4.2, 3.5.2, 5.1.2, 6.2, 7.1.2, 7.3.2, 7.4.2, 8.1.2, 8.2.2, 10.2, 11.2, 13.2, 15.2, 17.2
ГОСТ 61—75	2.1.2, 2.3.2, 3.1.2, 3.4.2, 5.1.2, 10.2, 16.2, 17.2	ГОСТ 8402—89	1.1
ГОСТ 195—77	17.2	ГОСТ 8981—78	9.2
ГОСТ 199—78	7.1.2	ГОСТ 9147—80	3.1.2, 3.4.2, 3.5.2, 8.2.2, 12.2, 13.2
ГОСТ 307.1-95—		ГОСТ 9284—75	15.2
ГОСТ 307.2-95	16.2	ГОСТ 9337—79	7.1.2
ГОСТ 427—75	16.2	ГОСТ 9546—75	3.1.2, 6.2
ГОСТ 1027—67	2.1.2, 11.2	ГОСТ 10163—76	3.1.2, 6.2, 7.3.2, 10.2
ГОСТ 1770—74	2.1.2, 2.2.2, 2.3.2, 3.1.2, 3.4.2, 3.5.2, 4.2.2, 7.1.2, 7.3.2, 7.4.2, 8.2.2, 10.2, 13.2, 15.2, 17.2	ГОСТ 10259—78	17.2
		ГОСТ 10652—73	3.4.2
ГОСТ 1277—75	3.1.2, 8.2.2	ГОСТ 10681—75	1.1
ГОСТ 1625—89	17.2	ГОСТ 10929—76	3.1.2, 3.4.2
ГОСТ 1868—88	1.1	ГОСТ 11827—77	7.1.2
ГОСТ 3117—78	3.4.2, 17.2	ГОСТ 12026—76	2.1.2, 2.4.2, 3.1.2, 7.1.2, 8.1.2, 8.2.2, 9.2, 14.2, 15.2
ГОСТ 3118—77	3.1.2, 3.4.2, 5.1.2, 6.2, 7.3.2, 7.4.2, 8.1.2, 8.2.2, 13.2, 16.2, 17.2	ГОСТ 14193—78	12.2
		ГОСТ 14919—83	2.2.2, 2.4.2, 3.1.2, 3.4.2, 3.5.2, 4.2.2, 7.4.2, 9.2, 11.2, 12.2, 15.2, 16.2, 17.2
ГОСТ 3159—76	7.3.2		
ГОСТ 3758—75	3.4.2		
ГОСТ 3760—79	2.2.2, 3.1.2, 3.4.2, 5.1.2, 6.2, 15.2	ГОСТ 14961—91	1.1
ГОСТ 3772—74	3.5.2	ГОСТ 15160—69	7.2.4
ГОСТ 3773—72	2.2.2, 3.1.2, 3.4.2, 5.1.2	ГОСТ 16218.0—93	1.1
ГОСТ 3816—81	1.2	ГОСТ 17308—88	1.1
ГОСТ 4107—78	16.2	ГОСТ 18300—87	Приложение 3
ГОСТ 4108—72	8.1.2, 8.2.2, 15.2	ГОСТ 18481—81	3.1.2, 3.5.2
ГОСТ 4159—79	12.2, 15.2	ГОСТ 20288—74	14.2, 15.2
ГОСТ 4160—74	3.1.2, 5.1.2, 7.3.2	ГОСТ 20566—75	1.1, 17.1
ГОСТ 4165—78	12.2, 15.2	ГОСТ 22867—77	3.4.2, 3.5.2
ГОСТ 4204—77	3.1.2, 3.4.2, 3.5.2, 4.2.2, 6.2, 8.1.2, 15.2	ГОСТ 23932—90	15.2
ГОСТ 4207—75	2.3.2	ГОСТ 24104—88	2.1.2, 3.1.2, 3.4.2, 3.5.2, 4.2.2, 7.1.2, 7.4.2, 8.2.2, 9.2, 10.2, 12.2, 13.2, 14.2, 15.2, 16.2, 17.2
ГОСТ 4232—74	3.1.2, 5.1.2, 6.2, 7.3.2, 10.2, 12.2, 15.2		
ГОСТ 4328—77	2.1.2, 2.2.2, 3.1.2, 3.4.2, 7.3.2, 12.2, 15.2, 16.2, 17.2	ГОСТ 25336—82	2.1.2, 2.2.2, 2.3.2, 2.4.2, 2.5.2, 3.1.2, 3.4.2, 3.5.2, 4.2.2, 7.1.2, 7.3.2, 7.4.2, 8.1.2, 8.2.2, 9.2, 10.2, 11.2, 12.2, 13.2, 14.2, 15.2, 16.2, 17.2
ГОСТ 4457—74	3.1.2, 5.1.2, 7.3.2		
ГОСТ 4461—77	2.1.2, 3.5.2, 4.2.2		
ГОСТ 4523—77	3.4.2		
ГОСТ 4529—78	15.2	ГОСТ 28498—90	2.1.2, 3.1.2, 7.4.2, 13.2, 15.2
ГОСТ 4919.1—77	17.2	СТ СЭВ 223—75	3.1.2, 5.1.2, 7.3.2
ГОСТ 5817—77	3.1.2, 5.1.2	ТУ 3.3.1860—85	7.1.2
ГОСТ 5848—73	15.2	ТУ 6—09—5359—87	2.4.2
ГОСТ 5955—75	9.2, 15.2	ТУ 6—09—5360—87	2.5.2, 3.1.2
ГОСТ 5962—67	2.5.2	ТУ 13—0279411—11—90	2.5.2
ГОСТ 6309—93	1.1	ТУ 609—4070—75	3.4.2
ГОСТ 6611.0—73	1.1	ТУ 609—6171—84	2.5.2, 13.2
ГОСТ 6613—86	15.2	ОСТ 38.02386—85	3.1.2, 3.4.2, 7.1.3, 7.3.2
ГОСТ 6672—75	15.2		

5. **Снято ограничение срока действия Постановлением Госстандарта от 25.06.92 № 581**

6. **ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в августе 1988 г., декабре 1989 г., июне 1992 г. (ИУС 12—88, 4—90, 9—92)**

gost.e-ecolog.ru