

Изменение № 3 ГОСТ 25617—83 Ткани и изделия льняные, полульняные, хлопчатобумажные и смешанные. Методы химических испытаний

Утверждено и введено в действие Постановлением Госстандарта России от 25.06.92 № 581

Дата введения 01.12.92

Вводную часть дополнить абзацем: «определение количества свободного формальдегида в тканях и изделиях из них с отделками на основе формальдегидсодержащих смол».

Стандарт дополнить разделом — 17: «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—75 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 каждой 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 $\pm 0,001$ г.

17.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Колбы конические с притертыми пробками вместимостью 50 см³ или 100 см³ по ГОСТ 25336—82.

Колбы мерные вместимостью 100 см³, 1 дм³ по ГОСТ 1770—74.

Пипетки на 1, 2, 5, 10, 20 см³ по ГОСТ 20292—74.

Фильтры стеклянные № 1 или № 2 по ГОСТ 23932—90.

Термометр по ГОСТ 28498—90.

Весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104—88.

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919—83.

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 ГОСТ 10259—78, ч.д.а.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, х.ч. или ледяная х.ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, ч.д.а., 0,1 моль/дм³ раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, ч. д. а.; 0,1 моль/дм³ раствор.

Аммоний уксусно-кислый по ГОСТ 3117—78, х.ч.

Формалин технический по ГОСТ 1625—89.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Смачиватель типа сульфосода 31 по нормативно-технической документации, раствор концентрацией около 100 г/дм³.

Тимолфталенин, 0,25-ный раствор, готовят по ГОСТ 49191—77.

Натрий сернисто-кислый (сульфит натрия) по ГОСТ 195—77, ч. д. а или натрий сернисто-кислый 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 дм³ с последующим тщательным перемешиванием.

Ацетилацетоновая смесь: 150 г уксусно-кислого аммония растворяют в 800 см³ дистиллированной воды, добавляют 3 см³ уксусной кислоты и 2 см³ ацетилацетона и разбавляют дистиллированной водой до объема 1000 см³ 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/дм³, для чего 5 см³ раствора формалина разбавляют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1 дм³ (раствор 1). Точную концентрацию этого раствора устанавливаю

(Продолжение см. с. 168)

сульфитным методом, для чего в коническую колбу вместимостью 100 см³ помещают 25 см³ испытуемого раствора, добавляют 2 капли тимолфталена и нейтрализуют 0,1 моль/дм³ раствором гидроокиси натрия до бледно-голубой окраски.

В другую колбу помещают 15 см³ раствора сульфита натрия, добавляют 2 капли тимолфталена и нейтрализуют 0,1 моль/дм³ раствором соляной кислоты до исчезновения голубой окраски или 0,1 моль/дм³ 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/дм³ раствором соляной кислоты до исчезновения голубой окраски.

Количество формальдегида в растворе 1 (C_1), выраженное в г/дм³, вычисляют по формуле

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

где V_3 — объем точно 0,1 моль/дм³ соляной кислоты, пошедшей на титрование, см³;

0,003003 — количество формальдегида, соответствующего 1 см³ точно 0,1 моль/дм³ раствора соляной кислоты;

25 — объем раствора формальдегида, взятый для анализа, см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не должно превышать 0,02 г/дм³.

После уточнения концентрации раствора 1 готовят раствор 2. Для этого 10 см³ раствора 1 пипеткой вносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят до метки дистиллированной водой. Для построения калибровочного графика от раствора 2 отбирают 1, 2, 5, 7 и 10 см³ и переносят в конические колбы вместимостью 50 см³. В каждую колбу добавляют 10 см³ ацетилацетоновой смеси и необходимое количество дистиллированной воды до объема, равного 20 см³. 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 см³, туда же дистиллированной водой смывают капли раствора со стенок колб и доводят до метки.

Параллельно проводят «холостой опыт», где вместо раствора формальдегида отбирают 10 см³ дистиллированной воды, который используют в качестве раствора сравнения при измерении оптической плотности.

Если концентрация формальдегида в растворе 1 составляла 2,0 г/дм³, то количество формальдегида в приготовленных стандартных растворах соответственно 0,20; 0,40; 1,0; 1,4; 2,0 мг/дм³.

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/дм³, а на вертикальной оси — полученные данные оптической плотности растворов.

17.4. Проведение испытаний

Элементарные пробы, отобранные по п. 17.1 взвешивают, нарезают на части размером 1 см² и помещают каждую в коническую колбу с притертой пробкой, заливают 20 см³ дистиллированной воды (это количество отбирают пипеткой). Если кусочки ткани плохо смачиваются водой, то необходимо добавить 1—2 капли раствора смачивателя типа сульфоксида 31 концентрацией около 100 г/дм³. 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 см³ фильтрата (в зависимости от содержания формальдегида), добавляют 10 см³ ацетилацетоновой смеси и выдерживают 30 мин при температуре (40 ± 2) °С, охлаждают при тем-

(Продолжение см. с. 169)

пературе 18—25 °С. Содержимое конических колб без потерь переносят в мерные колбы вместимостью 100 см³, 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 см³ фильтрата и добавляют вместо ацетилацетоновой смеси 10 см³ 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

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

где C_{Φ} — количество формальдегида, найденное по калибровочному графику, мг/дм³;

V_4 — объем фильтрата, взятые на анализ, см³;

m_{30} — масса элементарной пробы, г;

20 — количество дистиллированной воды, помещенной в колбу с навеской, см³;

100 — вместимость колбы, см³.

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 $\pm 3\%$.

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

Стандарт дополнить приложениями — 3, 4:

«ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Рекомендуемое

Проверка пробы с димедоном

Аппаратура и реактивы

5,5-диметил-1,3-циклогександион (димедон) по ТУ 6—09—4690—78, ч.д.а.

Спирт этиловый ректификованный технический, Технические условия по ГОСТ 18300—87.

Аппаратура по п. 17.2.

В коническую колбу с притертой пробкой отбирают 5 см³ фильтрата, туда же добавляют 1 см³ спиртового раствора димедона свежеприготовленного растворением 1 г димедона в 100 см³ этилового спирта, встряхивают, выдерживают на водяной бане при температуре (40 ± 2) °С в течение 10 мин, добавляют 10 см³ ацетилацетоновой смеси, встряхивают и выдерживают 30 мин при

(Продолжение см. с. 170)

(Продолжение изменения к ГОСТ 26617—83)

(40 ± 2) °С, охлаждают при 18—25 °С в течение 30 мин, переносят в мерные колбы вместимостью 100 см³ 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».

(ИУС № 9 1992 г.)