

## ВОЛОКНО ШТАПЕЛЬНОЕ И ЖГУТ ХИМИЧЕСКИЕ

### Методы определения массовой доли свободной серы

Издание официальное

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом МТК 316 «Искусственные волокна и нити», Акционерным научно-исследовательским центром вискоза (ЗАО «АНИЦ ВИСКО-ЗА»)

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 20 от 1 ноября 2001 г.)

За принятие проголосовали:

| Наименование государства   | Наименование национального органа по стандартизации |
|----------------------------|---|
| Азербайджанская Республика | Азгосстандарт                                       |
| Республика Армения         | Армгосстандарт                                      |
| Республика Беларусь        | Госстандарт Республики Беларусь                     |
| Республика Казахстан       | Госстандарт Республики Казахстан                    |
| Кыргызская Республика      | Кыргызстандарт                                      |
| Республика Молдова         | Молдовастандарт                                     |
| Российская Федерация       | Госстандарт России                                  |
| Республика Таджикистан     | Таджикстандарт                                      |
| Туркменистан               | Главгосслужба «Туркменстандартлары»                 |
| Республика Узбекистан      | Узгосстандарт                                       |

3 Стандарт гармонизирован с ДИН 54288 «Количественное определение серы в вискозных волокнах» 1977 г. в части ускоренного метода определения свободной серы

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 18 марта 2002 г. № 103-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 10213.7—2001 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 марта 2003 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 10213.7—73

© ИПК Издательство стандартов, 2002

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения ГосстандартаРоссии

## Содержание

|   |   |
|---|---|
| 1 Область применения . . . . .                              | 1 |
| 2 Нормативные ссылки . . . . .                              | 1 |
| 3 Определения . . . . .                                     | 2 |
| 4 Сущность методов . . . . .                                | 2 |
| 5 Средства испытаний и вспомогательные устройства . . . . . | 2 |
| 6 Порядок подготовки к проведению испытаний . . . . .       | 3 |
| 7 Порядок проведения испытаний . . . . .                    | 3 |
| 8 Обработка результатов испытаний . . . . .                 | 4 |
| Приложение А Протокол (журнал) испытаний . . . . .          | 5 |

## ВОЛОКНО ШТАПЕЛЬНОЕ И ЖГУТ ХИМИЧЕСКИЕ

## Методы определения массовой доли свободной серы

Chemical staple fibre and tow.

Methods for determination of free sulphur mass percentage content

Дата введения 2003—03—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на вискозные штапельное волокно и жгут и устанавливает методы (основной и ускоренный) определения массовой доли свободной серы в неокрашенных и крашенных в массе штапельном волокне и жгуте.

Ускоренный метод определения свободной серы допускается применять по согласованию заинтересованных сторон для неокрашенных штапельных волокон и жгута.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия
- ГОСТ 195—77 Натрий сернистокислый. Технические условия
- ГОСТ 1625—89 Формалин технический. Технические условия
- ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
- ГОСТ 4159—79 Йод. Технические условия
- ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 7328—2001 Гири. Общие технические условия
- ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
- ГОСТ 10163—76 Крахмал растворимый. Технические условия
- ГОСТ 10213.0—73 (ИСО 1130—75) Волокно и жгут химические. Правила приемки и метод отбора проб
- ГОСТ 10213.1—73 (ИСО 1973—76) Волокно и жгут химические. Метод определения линейной плотности
- ГОСТ 10213.3—73 Волокно и жгут химические. Метод определения влажности
- ГОСТ 10681—75 Материалы текстильные. Климатические условия для кондиционирования и испытания проб и методы их определения
- ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
- ГОСТ 24104—88\* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия
- ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
- ГОСТ 27244—93 Производство химических волокон. Термины и определения

\*С 01.07.2002 г. вводится в действие ГОСТ 24104—2001.

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой  
ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюretки. Часть 1. Общие  
требования

### 3 Определения

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:  
**вискозное штапельное волокно:** Целлюлозное волокно ограниченной длины, полученное вискозным способом;

**вискозный жгут:** Сокупность большого числа элементарных целлюлозных нитей, полученных вискозным способом, соединенных без крутки и предназначенных для резания;

**штапельное химическое волокно:** По ГОСТ 27244;

**химический жгут:** По ГОСТ 27244.

### 4 Сущность методов

По основному методу определяют массовую долю свободной серы в сухом волокне, по ускоренному — в кондиционированном волокне.

Методы определения свободной серы в штапельном волокне и жгуте основаны на йодометрическом титровании серноватистокислого натрия, образующегося в результате взаимодействия сернистокислого натрия с элементарной серой, содержащейся в волокне.

При ускоренном методе титрование проводят без удаления волокна из раствора.

### 5 Средства испытаний и вспомогательные устройства

5.1 Для проведения испытаний по основному методу применяют:

- весы лабораторные, 2-го класса с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104;
- гиры общего назначения, 2 класс, по ГОСТ 7328;
- электроплитку по ГОСТ 14919;
- колбу К-1-250(500)-29/32 ТС или П-1-250(500)-29/32 ТС по ГОСТ 25336;
- холодильник шариковый типа ХШ по ГОСТ 25336;
- колбу с тубусом К-1-500 по ГОСТ 25336;
- воронку Бюхнера по ГОСТ 9147;
- колбу Кн-2-500-34 ТХС по ГОСТ 25336;
- колбу мерную 1(2)-500-2 по ГОСТ 1770;
- воронку В-75-110 ХС или В-56-80 ХС по ГОСТ 25336;
- стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336;
- бюретку 1-3-2-25-0,1 или 1-2-2-5-0,02 по ГОСТ 29251;
- пипетку 2-2-100 по ГОСТ 29169;
- цилиндры 1-5; 1-10; 1(3)-100 по ГОСТ 1770;
- йод по ГОСТ 4159, раствор молярной концентрации  $c(\text{I}_2) = 0,05 \text{ моль/дм}^3$  (0,05 н.);
- формалин по ГОСТ 1625, водный раствор с массовой долей формальдегида 37—40 %;
- кислоту уксусную по ГОСТ 61, раствор с массовой долей 20 %;
- натрий сернистокислый по ГОСТ 195, раствор с массовой долей 1,5 %, готовят не реже одного раза в 2—3 дня;
- крахмал по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 1,0 %;
- воду дистиллированную.

5.2 Для проведения испытаний по ускоренному методу применяют:

- натрий сернистокислый по ГОСТ 195, раствор молярной концентрации  $c(\text{Na}_2\text{SO}_3) = 1 \text{ моль/дм}^3$  (1 н.), готовят не реже одного раза в 2—3 дня;
- формалин по ГОСТ 1625, водный раствор с массовой долей формальдегида 35 %;
- индикатор метилоранжевый;
- серную кислоту по ГОСТ 4204, раствор молярной концентрации  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ моль/дм}^3$  (1 н.);
- крахмал по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 2,0 %;
- йод по ГОСТ 4159, раствор молярной концентрации  $c(\text{I}_2) = 0,05 \text{ моль/дм}^3$  (0,05 н.);

- колбу К-1-250(500)-29/32 ТС или П-1-250(500)-29/32 ТС по ГОСТ 25336;
- водяную баню;
- весы лабораторные 2-го класса с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие, обеспечивающие такую же точность взвешивания по ГОСТ 24104;
- воду дистиллированную;
- цилиндры 1-5; 1-10; 1(3)-100 по ГОСТ 1770.

## 6 Порядок подготовки к проведению испытаний

6.1 Для проведения испытаний по основному методу из разных мест лабораторной пробы, отобранный по ГОСТ 10213.0, отбирают две элементарные пробы массой от 5 до 6 г для определения массовой доли свободной серы в неокрашенном штапельном волокне или жгуте и массой от 6 до 10 г для волокна, крашенного в массе.

6.2 Для проведения испытания по ускоренному методу отбирают три элементарные пробы массой около 5 г и выдерживают в климатических условиях по ГОСТ 10681. Время кондиционирования в соответствии с ГОСТ 10213.1.

## 7 Порядок проведения испытаний

7.1 Для определения основным методом массовой доли свободной серы в неокрашенном волокне или жгуте элементарную пробу помещают в плоскодонную или круглодонную колбу вместимостью 250  $\text{cm}^3$ , с помощью мерного цилиндра заливают 100  $\text{cm}^3$  раствора сернистокислого натрия в соответствии с 5.1 и добавляют несколько кусочков фарфора (для равномерного кипения). Колбу присоединяют к обратному холодильнику с помощью шлифа или корковой пробки, нагревают содержимое до кипения и кипятят в течение 30 мин. Затем холодильник промывают небольшим количеством дистиллированной воды. Волокно отфильтровывают на воронке Бюхнера через слой бязи и промывают 200  $\text{cm}^3$  горячей дистиллированной воды при переменном включении (при отсосе) и выключении (при промывке) вакуума. Затем фильтрат переводят в коническую колбу вместимостью 500  $\text{cm}^3$ .

Колбу для фильтрации промывают несколько раз дистиллированной водой, и промывные воды присоединяют к фильтрату. К охлажденному фильтрату с помощью мерного цилиндра добавляют 10  $\text{cm}^3$  формалина, 5  $\text{cm}^3$  раствора уксусной кислоты с массовой долей 20 %, 1–2  $\text{cm}^3$  раствора крахмала с массовой долей 1,0 % и титруют раствором йода молярной концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup> до появления светло-сиреневого окрашивания раствора. Титрование проводят из микробюретки или бюретки в зависимости от нормированной массовой доли серы в волокне. Ежедневно ставят холостой опыт.

7.2 Для определения основным методом массовой доли свободной серы в волокне, крашенном в массе, испытания проводят со следующими изменениями:

фильтрат и промывные воды переводят в мерную колбу, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают;

из разбавленного фильтрата отбирают 100  $\text{cm}^3$  раствора и подвергают титрованию до резкого изменения окраски раствора от одной капли раствора йода.

7.3 Для определения массовой доли серы ускоренным методом элементарную пробу помещают в плоскодонную колбу и взвешивают с погрешностью не более 0,01 г. Волокно смачивают 200  $\text{cm}^3$  дистиллированной воды и добавляют 25  $\text{cm}^3$  раствора сернистокислого натрия молярной концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup>.

Содержимое колбы нагревают 30 мин на кипящей водяной бане. После охлаждения добавляют 40  $\text{cm}^3$  формалина. Волокна из раствора не удаляют.

Добавляют небольшое количество метилоранжевого индикатора и замещают капельно раствором серной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup> до тех пор, пока индикатор не превратится из оранжевого (желтого) в красный.

Затем добавляют 2  $\text{cm}^3$  раствора крахмала и титруют раствором йода молярной концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup> до тех пор, пока светло-сиреневая окраска сохраняется в течение 1 мин. Таким же образом проводят холостой опыт.

## 8 Обработка результатов испытаний

8.1 При определении по основному методу массовую долю свободной серы в штапельном волокне или жгуте  $S, \%$ , вычисляют по формулам:  
в неокрашенном волокне

$$S = \frac{(V_1 - V_2) K 0,0016 (100 + W)}{m}, \quad (1)$$

в крашенном в массе волокне

$$S = \frac{(V_1 - V_2) K 0,0016 \cdot 5 (100 + W)}{m}, \quad (2)$$

где  $V_1$  — объем раствора йода молярной концентрации  $c(1/2I_2) = 0,05 \text{ моль/дм}^3$  (0,05 н.), израсходованного на титрование пробы,  $\text{см}^3$ ;  
 $V_2$  — объем раствора йода молярной концентрации  $c(1/2I_2) = 0,05 \text{ моль/дм}^3$  (0,05 н.), израсходованного на титрование холостой пробы,  $\text{см}^3$ ;  
 $K$  — коэффициент поправки к концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup> раствора йода;  
 $m$  — масса волокна, взятого для анализа, г;  
 $W$  — фактическая влажность штапельного волокна или жгута, %, определенная по ГОСТ 10213.3 для лабораторной пробы, отобранный по 6.1;  
0,0016 — титр 0,05 моль/дм<sup>3</sup> раствора йода по сере, г/см<sup>3</sup>.

Вычисления проводят до четвертого десятичного знака с последующим округлением до третьего десятичного знака при определении массовой доли серы менее 0,08 % и до третьего десятичного знака с округлением до второго десятичного знака при определении массовой доли серы более 0,08 %.

За результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

8.2 Массовую долю свободной серы при определении по ускоренному методу  $S_y, \%$ , вычисляют по формуле

$$S_y = \frac{(V_1^1 - V_2^1) 0,0016 K 100}{m}, \quad (3)$$

где  $V_1^1$  — объем раствора йода молярной концентрации  $c(1/2I_2) = 0,05 \text{ моль/дм}^3$  (0,05 н.), израсходованного на титрование пробы,  $\text{см}^3$ ;  
 $V_2^1$  — объем раствора йода молярной концентрации  $c(1/2I_2) = 0,05 \text{ моль/дм}^3$  (0,05 н.), израсходованного на титрование холостой пробы,  $\text{см}^3$ ;  
 $m$  — масса волокна, взятого для анализа, г;  
 $K$  — коэффициент поправки к концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup> раствора йода;  
0,0016 — титр 0,05 моль/дм<sup>3</sup> раствора йода по сере, г/см<sup>3</sup>.

Вычисления проводят до четвертого десятичного знака с последующим округлением до третьего десятичного знака при определении массовой доли серы менее 0,08 % и до третьего десятичного знака с округлением до второго десятичного знака при определении массовой доли серы более 0,08 %.

За результат принимают среднеарифметическое значение результатов трех параллельных определений.

8.3 Результаты испытаний должны быть оформлены протоколом, приведенным в приложении А.

ПРИЛОЖЕНИЕ А  
(обязательное)

**Протокол (журнал) испытаний**

Протокол испытаний должен содержать следующие данные:  
наименование продукции и обозначение настоящего стандарта;  
номер партии;  
массы элементарных проб, г;  
влажность волокна, %;  
метод определения массовой доли серы;  
результаты испытаний;  
дату проведения испытаний;  
подпись лица, проводившего испытание.

Ключевые слова: штапельное химическое волокно, химический жгут, вискозное волокно, массовая доля свободной серы

Редактор *Т.П. Шашина*  
Технический редактор *Л.А. Гусева*  
Корректор *В.И. Кануркина*  
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 26.03.2002. Подписано в печать 17.04.2002. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,65.  
Тираж 181 экз. С 5209. Зак. 338.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.  
<http://www.standards.ru> e-mail: [info@standards.ru](mailto:info@standards.ru)

Набрано в Издательстве на ПЭВМ  
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 103062 Москва, Лилия пер., 6.  
Пар № 080102