

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МАТЕРИАЛЫ ТЕКСТИЛЬНЫЕ

Методы количественного анализа трехкомпонентных смесей волокон

Издание официальное

БЗ 12—99/676

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

59 ТЕКСТИЛЬНОЕ И КОЖЕВЕННОЕ ПРОИЗВОДСТВО

ОКС 59.060

Группа М09

к ГОСТ Р ИСО 5088—99 Материалы текстильные. Методы количественного анализа трехкомпонентных смесей волокон

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 2.9.1.2. Вариант 2. Последний абзац	d_3	d_4
Пункт 2.9.1.3. Вариант 3. Последний абзац	d_4	d_3
Пункт 3.8.1 Формула (19)	$\frac{100}{1 + \frac{m_1 + m_3}{m_1}}$	$\frac{100}{1 + \frac{m_2 + m_3}{m_1}}$

(ИУС № 11 2001 г.)

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Автономной некоммерческой организацией «Центр испытания материалов и изделий» (ЦИМИ) и Государственным предприятием «Центральный научно-исследовательский институт хлопчатобумажной промышленности» (ЦНИХБИ)

ВНЕСЕН Госстандартом России, Техническим комитетом по стандартизации ТК 412 «Текстиль»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 29 декабря 1999 г. № 809-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой аутентичный текст стандарта ИСО 5088—76 «Текстиль —Трехкомпонентные смеси волокон — Количественный анализ»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2000

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

МАТЕРИАЛЫ ТЕКСТИЛЬНЫЕ

Методы количественного анализа трехкомпонентных смесей волокон

Textiles. Ternary fibre mixtures.
Quantitative analysis

Дата введения 2001—01—01

0 Введение

Методы количественного анализа смесей текстильных волокон основаны на двух процессах: ручном разделении и химическом разделении волокон по типам.

Метод ручного разделения следует применять всегда, когда это возможно, поскольку он обычно дает более точные результаты, чем химический метод. Его следует применять для всех тканей, в которых нить основы изготовлена из однородных волокон, отличных от однородных нитей утка, или трикотажных полотен и готовых изделий, способных распускаться и изготовленных из нитей различных типов.

Обычно методы количественного химического анализа смесей текстильных волокон основаны на избирательном растворении отдельных компонентов. Возможны четыре варианта этого метода:

1 — используют две различные элементарные пробы: компонент (*a*) растворяют из первой элементарной пробы, а компонент (*b*) из второй элементарной пробы. Нерастворенные остатки каждой элементарной пробы взвешивают и массовую долю каждого растворенного компонента определяют из соответствующих потерь массы. Массовую долю третьего компонента (*c*) рассчитывают по разности;

2 — используют две различные элементарные пробы: компонент (*a*) растворяют из первой элементарной пробы и два компонента (*a* и *b*) из второй элементарной пробы. Нерастворенный остаток первой элементарной пробы взвешивают и из потери массы определяют массовую долю компонента (*a*). Нерастворенный остаток второй элементарной пробы взвешивают: он соответствует компоненту (*c*). Массовую долю третьего компонента (*b*) рассчитывают по разности;

3 — используют две различные элементарные пробы: два компонента (*a* и *b*) растворяют из первой элементарной пробы и два компонента (*b* и *c*) из второй элементарной пробы. Нерастворенные остатки соответствуют двум компонентам (*c*) и (*a*), соответственно. Массовую долю третьего компонента (*b*) рассчитывают по разности;

4 — используют только одну элементарную пробу, один из компонентов удаляют, после чего нерастворенный остаток, образованный двумя другими волокнами, взвешивают и массовую долю растворенного компонента рассчитывают из потери массы. Растворяют одно из двух волокон остатка, нерастворенный остаток взвешивают и из потери массы определяют массовую долю второго растворенного компонента.

Если возможен выбор, желательно применять один из первых трех вариантов. Проводя химический анализ, необходимо соблюдать осторожность при выборе растворителей, предписанных методами, которые растворяют только требуемое волокно или волокна и оставляют нерастворенным другое волокно или волокна.

В приложении А приведены примеры типичных трехкомпонентных смесей и методы анализа двухкомпонентных смесей, которые, в принципе, могут быть использованы для анализа трехкомпонентных смесей.

Чтобы свести к минимуму возможность ошибки, рекомендуется, когда это возможно, проводить химический анализ, использующий, по крайней мере, два из четырех упомянутых выше вариантов.

Смеси волокон, используемые во время изготовления, и в меньшей степени — в готовых текстильных материалах, могут содержать неволокнутое вещество, такое как замасливатели, парафины или аппрет и водорастворимое вещество, либо естественное, либо добавляемое в процессе изготовления. Неволкнутое вещество следует удалять до проведения анализа. Для этого используют метод предварительной обработки для удаления жировых и водорастворимых веществ.

К тому же, ткани могут содержать смолы или другие вещества, добавляемые для придания специальных свойств. Такие вещества (в исключительных случаях красители) могут быть помехой действию реактива на растворимые компоненты и вызывать ошибку, поэтому их следует удалить прежде, чем проба подвергнется анализу. Если удалить такие вещества не представляется возможным, методы количественного химического анализа, приведенные в приложении А, неприменимы.

Красители в окрашенном волокне считают неотъемлемой частью волокна и не удаляют. Анализы проводят на основе сухой массы, и для ее определения приведена методика. Результат выражают ссылкой на сухую массу или ссылкой на эту массу с учетом условной скорости восстановления.

Перед выполнением любого анализа все волокна, присутствующие в смеси, должны быть идентифицированы. В некоторых химических методах нерастворимые компоненты смеси могут быть частично растворены в реактиве, используемом для растворения растворимого компонента или компонентов. Необходимо выбирать реактивы, не влияющие или влияющие очень слабо на нерастворимые волокна. Если известно, что во время анализа происходит потеря массы, результат следует скорректировать, для этой цели даются поправочные коэффициенты. Эти коэффициенты были определены в нескольких лабораториях в результате обработки соответствующим реактивом волокон, очищенных при предварительной обработке, как указано в методике проведения анализа. Эти поправочные коэффициенты применяют только для неразрушенных волокон и, если волокна были разрушены до или во время изготовления, необходимо использовать различные поправочные коэффициенты. Если нужно применить четвертый вариант, при котором текстильное волокно подвергается последовательному действию двух различных растворителей, применяют поправочные коэффициенты для возможных потерь массы при двух обработках. Следует проводить, по крайней мере, два различных определения. Как в случае ручного разделения, так и в случае химического разделения.

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на текстильные материалы и устанавливает методы количественного анализа трехкомпонентных смесей волокон.

2 Методы химического анализа

2.1 Область применения каждого метода анализа двухкомпонентных смесей, установленного ГОСТ Р ИСО 1833—99, распространяется на текстильные материалы и на волокна, к которым применим данный метод.

2.2 Нормативные ссылки

ГОСТ Р ИСО 1833—99 Материалы текстильные. Методы количественного химического анализа двухкомпонентных смесей волокон

2.3 Сущность метода

После идентификации компонентов смеси неволокнуемый материал удаляют соответствующей предварительной обработкой и затем применяют один или несколько из четырех вариантов процесса избирательного растворения. Сначала растворяют основной волокнуемый компонент, чтобы получить в качестве конечного остатка второстепенный волокнуемый компонент, кроме тех случаев, когда имеются технические трудности.

2.4 Реактивы

2.4.1 Петролейный эфир, двойной перегонки, отбор фракций проводят при температуре 40 — 60 °С.

Дополнительные реактивы указаны в соответствующих разделах ГОСТ Р ИСО 1833—99. Они должны быть химически чистыми.

2.4.2 Дистиллированная или деионизированная вода.

2.5 Аппаратура

2.5.1 Фильтровальные тигли и стаканчики для взвешивания, вмещающие такие тигли, или другое оборудование, обеспечивающее идентичные результаты.

2.5.2 Колба для фильтрования в вакууме.

2.5.3 Эксикатор, содержащий силикагель или другой осушающий наполнитель.

2.5.4 Сушильный шкаф с вентилятором, поддерживающий температуру $(105 \pm 3)^\circ\text{C}$.

2.5.5 Аналитические весы, обеспечивающие взвешивание с точностью до 0,0002 г.

2.5.6 Аппарат Сокслета или другая аппаратура, обеспечивающая идентичные результаты.

2.6 Климатические условия испытаний

Так как массу пробы определяют по сухому остатку, то проведение кондиционирования проб не требуется. Испытания проводят в климатических условиях лаборатории.

2.7 Отбор проб и предварительная обработка элементарной пробы

2.7.1 Отбор проб

Отбирают две элементарные пробы, массой не менее 5 г каждая.

2.7.2 Предварительная обработка

Удаляют неволокнистое вещество, экстрагируемое в петролейном эфире по 2.4.1 и в воде, обрабатывая воздушно-сухую элементарную пробу в аппарате Сокслета по 2.5.6 петролейным эфиром в течение 1 ч при минимальной скорости 6 циклов в час. Обеспечивают возможность испарения петролейного эфира из пробы, а затем замачивают пробу в холодной воде по 2.4.2 в течение 1 ч и после этого в воде температурой $(65 \pm 5)^\circ\text{C}$ еще 1 ч, периодически перемешивая воду. Модуль ванны 1:100. Избыток воды удаляют из пробы отжимом, отсасыванием или центрифугированием, затем обеспечивают воздушно-сухую сушку пробы.

Если экстрагировать неволокнистое вещество петролейным эфиром и водой не представляется возможным, то его удаляют другим способом, существенно не изменяющим структуру волокон. Однако, для некоторых неотбеленных натуральных растительных волокон (например, джут, кокосовое волокно) обычная предварительная обработка петролейным эфиром и водой не удаляет все естественные неволокнистые вещества, тем не менее дополнительная предварительная обработка не применяется, если проба не содержит такие аппреты, которые не растворяются в петролейном эфире и воде.

При обработке результатов применяемые методы предварительной обработки детально описывают.

2.8 Проведение испытаний

2.8.1 Общие инструкции

2.8.1.1 Сушка

Все операции сушки проводят не менее 4 ч и не более 16 ч при температуре $(105 \pm 3)^\circ\text{C}$ в сушильном шкафу с вентилятором по 2.5.4, с плотно закрытой дверцей.

Если продолжительность сушки менее 14 ч, необходимо убедиться, что сохраняется постоянная масса, то есть изменение массы после последующей сушки в течение 60 мин не превышает 0,05 %. Не допускается работать голыми руками с тиглями, стаканчиками для взвешивания, элементарными пробами или остатками во время сушки, охлаждения и взвешивания.

Пробу сушат в стаканчике для взвешивания по 2.5.1 с находящейся рядом крышкой. После сушки, перед извлечением стаканчика из сушильного шкафа, закрывают его крышкой и быстро переносят в эксикатор по 2.5.3.

Фильтровальный тигель по 2.5.1 сушат в стаканчике с находящейся рядом крышкой. После сушки закрывают стаканчик и быстро переносят его в эксикатор.

Если используют какую-либо аппаратуру, кроме фильтровального тигля, операции по сушке следует проводить в сушильном шкафу, чтобы определить сухую массу волокон без потерь.

2.8.1.2 Охлаждение

Охлаждение осуществляют в эксикаторе, установленном около весов, не менее 2 ч.

2.8.1.3 Взвешивание

После охлаждения проводят взвешивание стаканчика или тигля в течение 2 мин после их извлечения из эксикатора. Взвешивание проводят с точностью до 0,0002 г.

2.8.2 Проведение испытаний

Из каждой предварительно обработанной элементарной пробы отбирают навеску массой не менее 1 г каждая. Отобранную пробу нити или ткани измельчают, помещают во взвешенный стаканчик, сушат, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Переносят пробу в стеклянный сосуд по ГОСТ Р ИСО 1833—99, сразу же повторно взвешивают стаканчик и определяют сухую массу элементарной пробы по разности. Дальнейшее испытание проводят в соответствии с используемым методом. После взвешивания исследуют остаток под микроскопом, чтобы убедиться в том, что обработка для удаления растворимого волокна или волокон действительно завершена.

2.9 Обработка результатов

Массовую долю нерастворимого компонента выражают в процентах к общей массе волокна в смеси. Рассчитывают результат на основе чистой сухой массы, в соответствии с условной скоростью восстановления и с поправочным коэффициентом на потерю массы во время предварительной обработки и анализа, которые необходимо принимать во внимание.

2.9.1 Определение массовой доли чистых сухих волокон, без учета потерь массы волокна во время предварительной обработки

2.9.1.1 Вариант 1

Данный расчет проводят в случае, когда один компонент смеси удаляют из первой пробы, а другой компонент из второй пробы.

$$P_1 = \left[\frac{d_2}{d_1} - d_2 \frac{r_1}{m_1} + \frac{r_2}{m_2} \left(1 - \frac{d_2}{d_1} \right) \right] 100, \quad (1)$$

$$P_2 = \left[\frac{d_4}{d_3} - d_4 \frac{r_2}{m_2} + \frac{r_1}{m_1} \left(1 - \frac{d_4}{d_3} \right) \right] 100, \quad (2)$$

$$P_3 = 100 - (P_1 + P_2), \quad (3)$$

где P_1 — массовая доля первого чистого сухого компонента (компонент в первой пробе, растворенный в первом реактиве), %;

P_2 — массовая доля второго чистого сухого компонента (компонент во второй пробе, растворенный во втором реактиве), %;

P_3 — массовая доля третьего чистого сухого компонента (компонент, не растворенный в обеих пробах), %;

m_1 — сухая масса первой пробы после предварительной обработки, г;

m_2 — сухая масса второй пробы после предварительной обработки, г;

r_1 — сухая масса остатка после удаления первого компонента из первой пробы в первом реактиве, г;

r_2 — сухая масса остатка после удаления второго компонента из второй пробы во втором реактиве, г;

d_1 — поправочный коэффициент на потерю массы в первом реактиве второго компонента, не растворенного в первой пробе;

d_2 — поправочный коэффициент на потерю массы в первом реактиве третьего компонента, не растворенного в первой пробе;

d_3 — поправочный коэффициент на потерю массы во втором реактиве первого компонента, не растворенного во второй пробе;

d_4 — поправочный коэффициент на потерю массы во втором реактиве третьего компонента, не растворенного во второй пробе.

2.9.1.2 Вариант 2

Данный расчет проводят в случае, когда компонент (a) удаляют из первой элементарной пробы, оставляя в виде остатка другие два компонента (b+c), а два компонента (a+b) удаляют из второй элементарной пробы, оставляя в виде остатка третий компонент (c):

$$P_1 = 100 - (P_2 + P_3), \quad (4)$$

$$P_2 = 100 \frac{d_1 r_1}{m_1} - \frac{d_1}{d_2} P_3, \quad (5)$$

$$P_3 = \frac{d_4 r_2}{m_2} 100, \quad (6)$$

где P_1 — массовая доля первого чистого сухого компонента (компонент в первой пробе, растворенный в первом реактиве), %;

P_2 — массовая доля второго чистого сухого компонента (компонент, растворенный одновременно с первым компонентом во второй пробе во втором реактиве), %;

P_3 — массовая доля третьего чистого сухого компонента (компонент, не растворенный в обеих пробах), %;

- m_1 — сухая масса первой пробы после предварительной обработки, г;
 m_2 — сухая масса второй пробы после предварительной обработки, г;
 r_1 — сухая масса остатка после удаления первого компонента из первой пробы в первом реактиве, г;
 r_2 — сухая масса остатка после удаления первого и второго компонентов из второй пробы во втором реактиве, г;
 d_1 — поправочный коэффициент на потерю массы в первом реактиве второго компонента, не растворенного в первой пробе;
 d_2 — поправочный коэффициент на потерю массы в первом реактиве третьего компонента, не растворенного в первой пробе;
 d_3 — поправочный коэффициент на потерю массы во втором реактиве третьего компонента, не растворенного во второй пробе.

2.9.1.3 Вариант 3

Данный расчет проводят в случае, когда два компонента ($a+b$) удаляют из первой элементарной пробы, оставляя в виде остатка третий компонент (c), затем два компонента ($b+c$) удаляют из второй элементарной пробы, оставляя в качестве остатка первый компонент (a):

$$P_1 = \frac{d_3 r_2}{m_2} 100, \quad (7)$$

$$P_2 = 100 - (P_1 + P_3), \quad (8)$$

$$P_3 = \frac{d_2 r_1}{m_1} 100, \quad (9)$$

где P_1 — массовая доля первого чистого сухого компонента (компонент, растворенный в первой пробе в первом реактиве), %;

P_2 — массовая доля второго чистого сухого компонента (компонент, растворенный в первой пробе в первом реактиве и во второй пробе во втором реактиве), %;

P_3 — массовая доля третьего чистого сухого компонента (компонент, растворенный во второй пробе во втором реактиве), %;

m_1 — сухая масса первой пробы после предварительной обработки, г;

m_2 — сухая масса второй пробы после предварительной обработки, г;

r_1 — сухая масса остатка после удаления первого и второго компонентов из первой пробы первым реактивом, г;

r_2 — сухая масса остатка после удаления второго и третьего компонентов из второй пробы вторым реактивом, г;

d_2 — поправочный коэффициент на потерю массы в первом реактиве третьего компонента, не растворенного в первой пробе;

d_4 — поправочный коэффициент на потерю массы во втором реактиве первого компонента, не растворенного во второй пробе.

2.9.1.4 Вариант 4

Данный расчет проводят в случае, когда два компонента последовательно удаляют из смеси, используя одну и ту же элементарную пробу:

$$P_1 = 100 - (P_2 + P_3), \quad (10)$$

$$P_2 = \frac{d_1 r_1}{m} 100 - \frac{d_1}{d_2} P_3, \quad (11)$$

$$P_3 = \frac{d_3 r_2}{m} 100, \quad (12)$$

где P_1 — массовая доля первого чистого сухого компонента (первый растворенный компонент), %;

P_2 — массовая доля второго чистого сухого компонента (второй растворенный компонент), %;

P_3 — массовая доля третьего чистого сухого компонента (не растворенный компонент), %;

- m — сухая масса пробы после предварительной обработки, г;
 r_1 — сухая масса остатка после удаления первого компонента первым реактивом, г;
 r_2 — сухая масса остатка после удаления первого и второго компонентов первым и вторым реактивами, г;
 d_1 — поправочный коэффициент на потерю массы второго компонента в первом реактиве;
 d_2 — поправочный коэффициент на потерю массы третьего компонента в первом реактиве;
 d_3 — поправочный коэффициент на потерю массы третьего компонента в первом и втором реактивах.

П р и м е ч а н и я

1 Значения d даны в ГОСТ Р ИСО 1833—99.

2 Когда возможно, величину d_3 определяют экспериментальным методом.

2.9.2 Расчет массовой доли каждого компонента с корректировкой условными скоростями восстановления и, где требуется, поправочными коэффициентами на потерю массы во время операций по предварительной обработке:

$$A = 1 + \frac{a_1 + b_1}{100}, \quad (13) \quad B = 1 + \frac{a_2 + b_2}{100}, \quad (14) \quad C = 1 + \frac{a_3 + b_3}{100}, \quad (15)$$

поэтому

$$P_{1A} = \frac{P_1 A}{P_1 A + P_2 B + P_3 C} 100, \quad (16)$$

$$P_{2A} = \frac{P_2 B}{P_1 A + P_2 B + P_3 C} 100, \quad (17)$$

$$P_{3A} = \frac{P_3 C}{P_1 A + P_2 B + P_3 C} 100, \quad (18)$$

где P_{1A} — массовая доля первого чистого сухого компонента, включая содержание влаги и потерю массы во время предварительной обработки, %;

P_{2A} — массовая доля второго чистого сухого компонента, включая содержание влаги и потерю массы во время предварительной обработки, %;

P_{3A} — массовая доля третьего чистого сухого компонента, включая содержание влаги и потерю массы во время предварительной обработки, %;

P_1 — массовая доля первого сухого чистого компонента, полученная по одной из формул, согласно 2.9.1, %;

P_2 — массовая доля второго чистого сухого компонента, полученная по одной из формул, согласно 2.9.1, %;

P_3 — массовая доля третьего чистого сухого компонента, полученная по одной из формул, согласно 2.9.1, %;

a_1 — условная скорость восстановления первого компонента;

a_2 — условная скорость восстановления второго компонента;

a_3 — условная скорость восстановления третьего компонента;

b_1 — потеря массы первого компонента во время предварительной обработки, %;

b_2 — потеря массы второго компонента во время предварительной обработки, %;

b_3 — потеря массы третьего компонента во время предварительной обработки, %.

Когда применяется специальная предварительная обработка, значения b_1 , b_2 и b_3 определяют, если это возможно, в результате предварительной обработки каждого компонента чистого волокна. Чистые волокна — это волокна без неволокнутого вещества, кроме тех, которые они обычно содержат (либо естественные, либо по причине производственного процесса) в состоянии (неотбеленные, отбеленные), в котором находится материал, подлежащий анализу.

Когда имеются волокна нечистые, с различными составляющими, используемыми при производстве материала, подлежащего анализу, применяют средние значения b_1 , b_2 и b_3 , полученные из испытаний, проведенных на чистых волокнах, подобных имеющимся в смеси при испытании. Если проводят обычную предварительную обработку путем экстрагирования петролейным эфиром и водой, поправочными коэффициентами b_1 , b_2 и b_3 можно пренебречь, за исключением неотбе-

ленного хлопка, неотбеленного льна и неотбеленной пеньки, когда потерю массы в результате предварительной обработки обычно принимают в размере 4 %, и полипропилена, когда потерю массы принимают в размере 1 %.

Для других волокон, как правило, при расчетах потери массы во время предварительной обработки не вводят никаких поправок.

Примечание — Примеры расчета даны в приложении Б.

3 Метод анализа путем ручного разделения

3.1 Область применения

Порядок определения вида и состава нитей, если испытываемая проба состоит из нитей, однородных по сырьевому составу, и каждую из них можно выделить вручную или с помощью иглы.

3.2 Сущность метода

После идентификации компонентов текстильного материала неволокнистое вещество удаляют соответствующей предварительной обработкой и затем волокна разделяют вручную, высушивают и взвешивают, затем рассчитывают относительную массовую долю в смеси каждого волокна.

3.3 Реактивы

3.3.1 Петролейный эфир, двойной перегонки, отбор фракций проводят при температуре 40 — 60 °С.

3.3.2 Дистиллированная или деионизированная вода.

3.4 Аппаратура

3.4.1 Стаканчик для взвешивания или другое оборудование, обеспечивающее идентичные результаты.

3.4.2 Эксикатор, содержащий силикагель или другой осушающий наполнитель.

3.4.3 Сушильный шкаф с вентилятором, поддерживающий температуру (105 ± 3) °С.

3.4.4 Аналитические весы, обеспечивающие взвешивание с точностью до 0,0002 г.

3.4.5 Аппарат Сокслета или другая аппаратура, обеспечивающая идентичные результаты.

3.4.6 Игла.

3.4.7 Круткомер или другой прибор, обеспечивающий идентичные результаты.

3.5 Климатические условия испытаний по 2.6.

3.6 Отбор проб и предварительная обработка элементарных проб

3.6.1 Отбор проб по 2.7.1.

3.6.2 Предварительная обработка по 2.7.2.

3.7 Проведение испытаний

3.7.1 Испытание нитей

Из каждой предварительно обработанной элементарной пробы отбирают навеску массой не менее 1 г. Для нитей малой линейной плотности допускается проводить испытания на отрезке не менее 30 м без учета ее массы. Разрезают нить на части требуемой длины и разделяют волокна по типам с помощью иглы и, если необходимо, с использованием круткомера. Полученные таким образом волокна помещают по типам в предварительно взвешенные стаканчики и высушивают при температуре (105 ± 3) °С до постоянной массы согласно 2.8.1.

3.7.2 Испытание тканей и трикотажных полотен

Из каждой предварительно обработанной элементарной пробы отбирают навеску массой не менее 1 г, отступив от кромки. Края пробы должны быть выровнены, параллельны нитям основы и утка, не должны осыпаться. Края пробы трикотажного полотна должны быть параллельны петельным рядам и петельным столбикам. Отделяют нити различного сырьевого состава, собирают их в предварительно взвешенный стаканчик согласно 3.4.1 и проводят испытания согласно 3.7.1.

3.8 Обработка результатов

Содержание каждого компонента выражают как массовую долю, выраженную в процентах к общей массе волокон в смеси. Рассчитывают результат на основе чистой сухой массы, с которой сначала увязывается условная скорость восстановления и затем поправочный коэффициент на потерю массы во время предварительной обработки, которые необходимо принимать во внимание.

3.8.1 Массовую долю чистого сухого компонента, без учета потерь массы волокна во время предварительной обработки, вычисляют по формулам:

$$P_1 = \frac{100m_1}{m_1 + m_2 + m_3} = \frac{100}{1 + \frac{m_2 + m_3}{m_1}}, \quad (19)$$

$$P_2 = \frac{100m_2}{m_1 + m_2 + m_3} = \frac{100}{1 + \frac{m_1 + m_3}{m_2}}, \quad (20)$$

$$P_3 = 100 - (P_1 + P_2), \quad (21)$$

где P_1 — массовая доля первого чистого сухого компонента, %;
 P_2 — массовая доля второго чистого сухого компонента, %;
 P_3 — массовая доля третьего чистого сухого компонента, %;
 m_1 — чистая сухая масса первого компонента, г;
 m_2 — чистая сухая масса второго компонента, г;
 m_3 — чистая сухая масса третьего компонента, г.

3.8.2 Расчет массовой доли каждого компонента с корректировкой условной скорости восстановления и, где требуется, с поправочными коэффициентами на потерю массы во время предварительной обработки по 2.9.2.

4 Метод анализа сочетанием ручного разделения и химических средств

По возможности следует использовать ручное разделение, принимая во внимание относительные массовые доли компонентов, разделенных до какой-либо химической обработки каждого из разделенных компонентов.

5 Точность методов

Точность, которую необходимо обеспечивать в каждом методе анализа двухкомпонентных смесей, относится к воспроизводимости согласно ГОСТ Р ИСО 1833, по 1.9. Иначе говоря, она должна быть близка значениям экспериментальных величин, полученных операторами в различных лабораториях или в разное время, используя один и тот же метод, и на пробах идентичной равномерной смеси. Воспроизводимость выражается в пределах достоверности результатов при доверительной вероятности 95 %.

Это означает, что разница между результатами анализов, сделанных в различных лабораториях при правильном применении метода к идентичной и равномерной смеси, не должна превышать 5 случаев из 100.

Чтобы определить точность анализа трехкомпонентных смесей, поправки, указанные в методах анализа двухкомпонентных смесей, должны использоваться для анализа трехкомпонентных смесей.

Предполагая, что в четырех вариантах количественного анализа трехкомпонентных смесей предусматривается два растворения (используют две отдельные пробы при первых трех вариантах и одну пробу при четвертом варианте), и допуская, что E_1 и E_2 обозначают соответствующие точности двух методов анализа двухкомпонентных смесей, точность результатов для каждого компонента будет иметь значения в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1 — Точность результатов

Компоненты волокна	Варианты		
	1	2 и 3	4
<i>a</i>	E_1	E_1	E_1
<i>b</i>	E_2	$E_1 + E_2$	$E_1 + E_2$
<i>c</i>	$E_1 + E_2$	E_2	$E_1 + E_2$

Если применяется четвертый вариант, то точность анализа ниже, чем при методах, показанных выше, по причине возможного действия первого реагента на остаток, состоящий из компонентов (*b*) и (*c*), которое трудно оценить.

6 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующие данные:

- ссылку на настоящий стандарт;
- вариант или варианты, использованные для проведения анализа, методы, реактивы и поправочные коэффициенты;
- описание методов предварительной обработки согласно 2.7.2;
- первичные результаты и среднее арифметическое результатов двух испытаний с точностью до первого десятичного знака;
- точность метода по каждому компоненту, определенную по таблице 1.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(справочное)

Типичные трехкомпонентные смеси, которые можно анализировать, используя методы анализа двухкомпонентных смесей, установленные по ГОСТ Р ИСО 1833

Таблица А 1

Номер смеси	Волокно — компонент смеси			Номер варианта*	Раздел ГОСТ Р ИСО 1833, указывающий используемые реактивы
	1	2	3		
1	Шерстяное	Вискозное, медноаммиачное, высокомолекулярное	Хлопковое	1 и/или 4	3 (гипохлорит натрия) и 5 (муравьиная кислота/хлористый цинк)
2	Шерстяное	Найлон 6 или 6,6 (полиамидное)	Хлопковое, вискозное, медноаммиачное, высокомолекулярное	1 и/или 4	3 (гипохлорит натрия) и 6 (муравьиная кислота)
3	Шерстяное или натуральное шелковое	Поливинилхлоридное	Хлопковое, вискозное, медноаммиачное, высокомолекулярное	1 и/или 4	3 (гипохлорит натрия) и 12 (сероуглерод/ацетон)
4	Шерстяное	Найлон 6 или 6,6 (полиамидное)	Полиэфирное, полипропиленовое, полиакрилонитрильное, стекловолокно	1 и/или 4	3 (гипохлорит натрия) и 6 (муравьиная кислота)
5	Шерстяное или натуральное шелковое	Поливинилхлоридное	Полиэфирное, полиакрилонитрильное, полиамидное, стекловолокно	1 и/или 4	3 (гипохлорит натрия) и 12 (сероуглерод/ацетон)
6	Натуральное шелковое	Шерстяное	Полиэфирное	2	17 (серная кислота) и 3 (гипохлорит натрия)
7	Найлон 6 или 6,6 (полиамидное)	Полиакрилонитрильное	Хлопковое, вискозное, медноаммиачное, высокомолекулярное	1 и/или 4	6 (муравьиная кислота) и 11 (диметилформамид)

Продолжение таблицы А.1

Номер смеси	Волокно — компонент смеси			Номер варианта*	Раздел ГОСТ Р ИСО 1833, указывающий используемые реагенты
	1	2	3		
8	Поливинилхлоридное	Найлон 6 или 6,6 (полиамидное)	Хлопковое, вискозное, медно-аммиачное, высокомолекулярное	1 и/или 4	11 (диметилформамид) и 6 (муравьиная кислота) или 12 (сероуглерод/ацетон) и 6 (муравьиная кислота)
9	Полиакрилонитрильное	Найлон 6 или 6,6	Полиэфирное	1 и/или 4	11 (диметилформамид) и 6 (муравьиная кислота)
10	Ацетатное	Найлон 6 или 6,6	Хлопковое, вискозное, медно-аммиачное, высокомолекулярное	4	2 (ацетон) и 6 (муравьиная кислота)
11	Поливинилхлоридное	Полиакрилонитрильное	Найлон 6 или 6,6 (полиамидное)	2 и/или 4	12 (сероуглерод/ацетон) и 11 (диметилформамид)
12	Поливинилхлоридное	Найлон 6 или 6,6 (полиамидное)	Полиакрилонитрильное	1 и/или 4	12 (сероуглерод/ацетон) и 6 (муравьиная кислота)
13	Найлон 6 или 6,6 (полиамидное)	Хлопковое, вискозное, медно-аммиачное, высокомолекулярное	Полиэфирное	4	6 (муравьиная кислота) и 10 (серная кислота)
14	Ацетатное	Хлопковое, вискозное, медно-аммиачное, высокомолекулярное	Полиэфирное	4	2 (ацетон) и 10 (серная кислота)
15	Полиакрилонитрильное	Хлопковое, вискозное, медно-аммиачное, высокомолекулярное	Полиэфирное	4	11 (диметилформамид) и 10 (серная кислота)
16	Ацетатное	Шерстяное или натуральное шелковое	Хлопковое, вискозное, медно-аммиачное, высокомолекулярное, полиамидное, полиэфирное, полиакрилонитрильное	4	2 (ацетон) и 3 (гипохлорит натрия)
17	Триацетатное	Шерстяное или натуральное шелковое	Хлопковое, вискозное, медно-аммиачное, высокомолекулярное, полиамидное, полиэфирное, полиакрилонитрильное	4	9 (дихлорметан) и 3 (гипохлорит натрия)
18	Полиакрилонитрильное	Шерстяное или натуральное шелковое	Полиэфирное	1 и/или 4	11 (диметилформамид) и 3 (гипохлорит натрия)
19	Полиакрилонитрильное	Натуральное шелковое	Шерстяное	4	11 (диметилформамид) и 17 (серная кислота)
20	Полиакрилонитрильное	Шерстяное или натуральное шелковое	Хлопковое, вискозное, медно-аммиачное, высокомолекулярное	1 и/или 4	11 (диметилформамид) и 3 (гипохлорит натрия)

Окончание таблицы А.1

Номер смеси	Волокно — компонент смеси			Номер варианта*	Раздел ГОСТ Р ИСО 1833, указывающий используемые реагенты
	1	2	3		
21	Шерстяное или натуральное шелковое	Хлопковое, вискозное, медноаммиачное, высокомолекулярное	Полиэфирное	4	3 (гипохлорит натрия) и 10 (серная кислота)
22	Вискозное медноаммиачное, высокомолекулярное	Хлопковое	Полиэфирное	2 и/или 4	5 (муравьиная кислота/хлористый цинк) и 10 (серная кислота)
23	Полиакрилонитрильное	Вискозное, медноаммиачное, высокомолекулярное	Хлопковое	4	11 (диметилформамид) и 5 (муравьиная кислота/хлористый цинк)
24	Поливинилхлоридное	Вискозное, медноаммиачное, высокомолекулярное	Хлопковое	1 и/или 4	12 (сероуглерод/ацетон) и 5 (муравьиная кислота/хлористый цинк) или 11 (диметилформамид) и 5 (муравьиная кислота/хлористый цинк)
25	Ацетатное	Вискозное, медноаммиачное, высокомолекулярное	Хлопковое	4	2 (ацетон) и 5 (муравьиная кислота/хлористый цинк)
26	Триацетатное	Вискозное, медноаммиачное, высокомолекулярное	Хлопковое	4	9 (дихлорметан) и 5 (муравьиная кислота/хлористый цинк)
27	Ацетатное	Натуральное шелковое	Шерстяное	4	7 (ацетон) и 17 (серная кислота)
28	Триацетатное	Натуральное шелковое	Шерстяное	4	9 (дихлорметан) и 17 (серная кислота)
29	Ацетатное	Полиакрилонитрильное	Хлопковое, вискозное, медноаммиачное, высокомолекулярное	4	2 (ацетон) и 11 (диметилформамид)
30	Триацетатное	Полиакрилонитрильное	Хлопковое, вискозное, медноаммиачное, высокомолекулярное	4	9 (дихлорметан) и 11 (диметилформамид)
31	Триацетатное	Найлон 6 или 6,6 (полиамидное)	Хлопковое, вискозное, медноаммиачное, высокомолекулярное	4	9 (дихлорметан) и 6 (муравьиная кислота)
32	Триацетатное	Хлопковое, вискозное, медноаммиачное, высокомолекулярное	Полиэфирное	4	9 (дихлорметан) и 10 (серная кислота)
33	Ацетатное	Найлон 6 или 6,6 (полиамидное)	Полиэфирное или полиакрилонитрильное	4	2 (ацетон) и 6 (муравьиная кислота)
34	Ацетатное	Полиакрилонитрильное	Полиэфирное	4	2 (ацетон) и 11 (диметилформамид)
35	Поливинилхлоридное	Хлопковое, вискозное, медноаммиачное, высокомолекулярное	Полиэфирное	4	11 (диметилформамид) и 10 (серная кислота) или 12 (сероуглерод/ацетон) и 10 (серная кислота)
* При применении 4-го варианта первым удаляют первый компонент, используя первый реагент.					

ПРИЛОЖЕНИЕ Б (справочное)

Примеры расчета массовой доли компонентов определенных трехкомпонентных смесей, используя некоторые варианты согласно 2.9.1

Б.1 Вариант 1

Рассмотрим случай волокнистой смеси, при качественном анализе которой выявлены следующие компоненты: нечесаное шерстяное, полиамидное, неотбеленное хлопковое волокна.

Используя вариант 1, когда удаляют один компонент (a — шерстяное волокно) растворением из первой элементарной пробы и второй компонент (b — полиамидное волокно) растворением из второй элементарной пробы, получают следующие результаты:

1 сухая масса первой пробы после предварительной обработки $m_1 = 1,6000$ г;

2 сухая масса остатка после обработки гипохлоритом натрия (полиамидное + хлопковое) волокна $r_1 = 1,4166$ г;

3 сухая масса второй пробы после предварительной обработки $m_2 = 1,8000$ г;

4 сухая масса остатка после обработки муравьиной кислотой (шерстяное + хлопковое) волокна $r_2 = 0,9000$ г.

Обработка гипохлоритом натрия не вызывает какой-либо потери массы полиамидного волокна, тогда как неотбеленное хлопковое волокно теряет 3 %, поэтому $d_1 = 1,0$ и $d_2 = 1,03$.

Обработка в муравьиной кислоте не вызывает потерь массы шерстяного или неотбеленного хлопкового волокон, поэтому $d_3 = 1,0$ и $d_4 = 1,0$.

Б.1.1 Расчет сухой массы компонентов смеси

Если значения, полученные путем химического анализа, и поправочные коэффициенты подставить в формулы (1), (2), (3), получим следующие результаты:

$$P_1 \text{ (шерстяное) волокно} = \left[\frac{1,03}{1,0} - 1,03 \frac{1,4166}{1,6000} + \frac{0,9000}{1,8000} \left(1 - \frac{1,03}{1,0} \right) \right] 100 = 10,30 \% \quad (\text{Б.1})$$

$$P_2 \text{ (полиамидное) волокно} = \left[\frac{1,0}{1,0} - 1,0 \frac{0,9000}{1,8000} + \frac{1,4166}{1,6000} \left(1 - \frac{1,0}{1,0} \right) \right] 100 = 50,00 \% \quad (\text{Б.2})$$

$$P_3 \text{ (хлопковое) волокно} = 100 - (10,30 + 50,00) = 39,70 \% \quad (\text{Б.3})$$

Состав смеси волокон в процентном соотношении:

10,30 % — шерстяное;

50,00 % — полиамидное;

39,70 % — хлопковое.

Б.1.2 Расчет массы компонентов смеси с учетом влажности и потери массы после предварительной обработки

Массовые доли следует скорректировать по формулам (13), (14), (15), чтобы учесть условную скорость восстановления и поправочные коэффициенты на любые потери массы после предварительной обработки.

Предполагая, что неотбеленное хлопковое волокно теряет в массе 4 % после предварительной обработки в петролейном эфире и воде, и что условная скорость восстановления шерстяного волокна составляет 17 %, полиамидного 6,25 % и хлопкового 8,5 %, получим следующие массовые доли смеси:

$$P_{1A} \text{ (шерстяное) волокно} = \frac{10,30 \left(1 + \frac{17,0 + 0,0}{100} \right)}{10,30 \left(1 + \frac{17,00 + 0,0}{100} \right) + 50,00 \left(1 + \frac{6,25 + 0,0}{100} \right) + 39,7 \left(1 + \frac{8,5 + 4,0}{100} \right)} 100 = 10,97 \% \quad (\text{Б.4})$$

$$P_{2A} \text{ (полиамидное) волокно} = \frac{50,00 \left(1 + \frac{6,25 + 0,0}{100} \right)}{109,8385} 100 = 48,37 \% \quad (\text{Б.5})$$

$$P_{3A} \text{ (хлопковое) волокно} = 100 - (10,97 + 48,37) = 40,66 \% \quad (\text{Б.6})$$

После округления:

11,0 % — шерстяное волокно;

48,4 % — полиамидное волокно;

40,6 % — хлопковое волокно.

Б.2 Вариант 4

Рассмотрим случай волокнистой смеси, при качественном анализе которой выявлены следующие компоненты: нечесаное шерстяное, вискозное, неотбеленное хлопковое волокна.

Используя вариант 4, когда последовательно удаляют два компонента из смеси одной элементарной пробы, получим следующие результаты:

1 сухая масса элементарной пробы после предварительной обработки $m_1 = 1,6000$ г;

2 сухая масса элементарной пробы после первой обработки гипохлоритом натрия (вискозное + хлопковое) волокно $r_1 = 1,4166$ г;

3 сухая масса остатка после второй обработки остатка r_1 муравьиной кислотой с хлористым цинком (хлопковое) волокно $r_2 = 0,6630$ г.

Обработка гипохлоритом натрия не вызывает потерь массы вискозного волокна, тогда как неотбеленное хлопковое волокно теряет 3 %, поэтому $d_1 = 1,0$ и $d_2 = 1,03$. После обработки в муравьиной кислоте с хлористым цинком масса хлопка уменьшается на 2 %, поэтому $d_3 = (1,03 \times 1,02) = 1,0506$, округленно 1,05 (d_3 — поправочный коэффициент на потерю массы третьего компонента в первом и втором реактиве).

Б.2.1 Расчет сухой массы компонентов смеси

Используя формулы (10), (11), (12), подставим значения, полученные путем химического анализа, и поправочные коэффициенты и получим следующие результаты:

$$P_2 \text{ (вискозное) волокно} = \frac{1,0 \cdot 1,4166}{1,6000} 100 - \frac{1,00}{1,03} 43,51 = 46,32 \% \quad (\text{Б.7})$$

$$P_3 \text{ (хлопковое) волокно} = \frac{1,05 \cdot 0,6630}{1,6000} 100 = 43,51 \% \quad (\text{Б.8})$$

$$P_1 \text{ (шерстяное) волокно} = 100 - (46,32 + 43,51) = 10,17 \% \quad (\text{Б.9})$$

Б.2.2 Расчет массы компонентов смеси с учетом условных скоростей восстановления

Как уже было показано в варианте 1, массовую долю следует скорректировать согласно 2.9.2. Взяв те же величины условных скоростей восстановления, получим следующие массовые доли смеси:

$$P_{1A} \text{ (шерстяное)} = \frac{10,17 \left(1 + \frac{17,0 + 0,0}{100} \right)}{10,17 \left(1 + \frac{17,00 + 0,0}{100} \right) + 46,32 \left(1 + \frac{13,0 + 0,0}{100} \right) + 43,51 \left(1 + \frac{8,5 + 4,0}{100} \right)} 100 = 10,51 \% \quad (\text{Б.10})$$

$$P_{2A} \text{ (вискозное)} = \frac{46,32 \left(1 + \frac{13,0 + 0,0}{100} \right)}{113,21} 100 = 46,24 \% \quad (\text{Б.11})$$

$$P_{3A} \text{ (хлопковое)} = 100 - (10,51 + 46,24) = 43,25 \% \quad (\text{Б.12})$$

После округления:

10,5 % — шерстяное;

46,2 % — вискозное;

43,3 % — хлопковое.

УДК 677-16:543 062:006 354

ОКС 59 060

М09

ОКСТУ 8209, 8309

Ключевые слова текстильные материалы, волокна, химический анализ, массовая доля, трехкомпонентные смеси, поправочный коэффициент, проба, компоненты, методы

Редактор *Т П Шашина*
Технический редактор *Н С Гришанова*
Корректор *В И Кануркина*
Компьютерная верстка *В И Грищенко*

Изд лиц № 021007 от 10 08 95	Сдано в набор 07 04 2000	Подписано в печать 29 05 2000	Усл печ л 1,86
Уч -изд л 1,50	Тираж 246 экз	С 5217 Зак 496	

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер , 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип “Московский печатник”, 103062, Москва, Лялин пер , 6
Плр № 080102