

---

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION  
(ISC)

---

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ

**ГОСТ**  
**17824—**  
**2005**

---

**ПОЛИАМИДЫ, ВОЛОКНА,  
ТКАНИ ПОЛИАМИДНЫЕ**

**Методы определения экстрагируемых веществ**

Издание официальное

БЗ 10—2004/153



Москва  
Стандартинформ  
2006

## Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—97 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

### Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 301 «Синтетические волокна и нити»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 21 от 21 сентября 2005 г.)

За принятие проголосовали:

| Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации  |
|---|------------------------------------|--|
| Азербайджан   | AZ                                 | Азстандарт   |
| Армения   | AM                                 | Армстандарт  |
| Беларусь  | BY                                 | Госстандарт Республики Беларусь                                  |
| Грузия  | GE                                 | Грузстандарт   |
| Казахстан   | KZ                                 | Госстандарт Республики Казахстан                                 |
| Киргизия  | KG                                 | Кыргызстандарт   |
| Молдова   | MD                                 | Молдова-Стандарт   |
| Российская Федерация                                | RU                                 | Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии |
| Таджикистан   | TJ                                 | Таджикстандарт   |
| Туркменистан  | TM                                 | Главгосслужба «Туркменстандартлары»                              |
| Узбекистан  | UZ                                 | Узстандарт   |
| Украина   | UA                                 | Госпотребстандарт Украины  |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 3 мая 2006 г. № 85-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 17824—2005 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2007 г.

### 5 ВЗАМЕН ГОСТ 17824—81

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта публикуется в указателе «Национальные стандарты».*

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе (каталоге) «Национальные стандарты», а текст изменений — в информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Национальные стандарты»*

© Стандартиформ, 2006

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

## Содержание

|   |    |
|---|----|
| 1 Область применения . . . . .  | 1  |
| 2 Нормативные ссылки . . . . .  | 1  |
| 3 Метод определения массовой доли экстрагируемых веществ . . . . .                        | 2  |
| 3.1 Гравиметрический метод (метод 1) . . . . .  | 2  |
| 4 Методы определения массовой доли водорастворимых низкомолекулярных соединений . . . . . | 4  |
| 4.1 Объемный метод (метод 2) . . . . .  | 4  |
| 4.2 Интерферометрический метод (метод 3) . . . . .  | 6  |
| Приложение А (обязательное) Протокол испытания . . . . .                                  | 9  |
| Приложение Б (справочное) Холодильник универсальный . . . . .                             | 10 |
| Библиография. . . . .   | 11 |

**ПОЛИАМИДЫ, ВОЛОКНА, ТКАНИ ПОЛИАМИДНЫЕ****Методы определения экстрагируемых веществ**

Polyamides, polyamide fibres, fabrics.  
Methods for determination of extractable materials content

Дата введения — 2007—01—01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт устанавливает:

- гравиметрический метод (метод 1) определения массовой доли экстрагируемых веществ в полиамидах, не содержащих наполнители;
- объемный (метод 2) и интерферометрический (метод 3) методы определения массовой доли водорастворимых низкомолекулярных соединений в полиамидных волокнах и полиамидных (капроновых) технических (кордных) тканях.

Стандарт распространяется на полиамиды, полиамидные волокна и полиамидные (капроновые) технические (кордные) ткани.

Допускается определение массовой доли экстрагируемых веществ в полиамиде 6 методами 2 и 3.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
- ГОСТ 3826—82 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия
- ГОСТ 4145—74 Реактивы. Калий серноокислый. Технические условия
- ГОСТ 4165—78 Реактивы. Медь (II) серноокислая 5-водная. Технические условия
- ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
- ГОСТ 6611.0—73 Нити текстильные. Правила приемки
- ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 6995—77 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия
- ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия
- ГОСТ 10213.0—2002 Волокно штапельное и жгут химические. Правила приемки и метод отбора проб
- ГОСТ 16922—71 Красители органические, полупродукты, текстильно-вспомогательные вещества. Методы испытаний
- ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректифицированный технический. Технические условия
- ГОСТ 19170—2001 Стекловолокно. Ткань конструкционного назначения. Технические условия
- ГОСТ 20023—89 Ткани технические «Эксцельсиор». Технические условия
- ГОСТ 23785.0—2001 Ткань кордная. Правила приемки и метод отбора проб
- ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29104.0—91 Ткани технические. Правила приемки и метод отбора проб

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29252—91 (ИСО 385-2—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без времени ожидания

ГОСТ 29332—92 Волокна и нити химические. Методы определения массовой доли замазливателя

**П р и м е ч а н и е** — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

### 3 Метод определения массовой доли экстрагируемых веществ

#### 3.1 Гравиметрический метод (метод 1)

Метод основан на извлечении экстрагируемых веществ путем экстракции кипящей водой (полиамид 6); метанолом или этиловым спиртом (полиамид 6, 610, 12, 66) с последующей отгонкой растворителя и определением гравиметрическим методом массы сухого остатка.

Метод позволяет определять массовую долю экстрагируемых веществ в диапазоне от 1,5 % до 3,0 %.

##### 3.1.1 Отбор проб

Отбор проб полиамида — по документации на материал [1] — [3].

##### 3.1.2 Аппаратура, материалы, реактивы

Для проведения испытания применяют:

- весы специального (I) класса точности по ГОСТ 24104, наибольший предел взвешивания (НПВ) — 200 г, цена деления ( $d$ ) — 0,0001 г;
- муфельную печь, обеспечивающую нагрев до температуры 400 °С;
- измельчитель вибрационный типа 75Т-ДрМ, позволяющий получать гранулы размером 0,5—1,0 мм;
- шкаф вакуумный, поддерживающий температуру  $(40 \pm 2)$  °С и давление 2,7 кПа (20 мм рт. ст.);
- сушильный шкаф, поддерживающий температуру  $(80 \pm 5)$  °С;
- колбонагреватель или электроплитку закрытого типа;
- сито с сеткой № 1 и 0,5 по ГОСТ 3826;
- ткани конструкционные из стеклянных крученых комплексных нитей по ГОСТ 19170 или ткань полиамидную по ГОСТ 20023;
- экстрактор типа Сокслета, состоящий из: колбы К-1-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336, насадки НЭТ-100-ТС по ГОСТ 25336, перехода П1-1-29/32-19/26 ТС по ГОСТ 25336, холодильника шарикового ХШ-1-300-29/32 ХС по ГОСТ 25336;
- эксикатор 1-250 по ГОСТ 25336;
- холодильник ХПТ-1-200(300)-14/23 ХС по ГОСТ 25336;
- насадку Н-1-29/32-14/23-14/23 ТС по ГОСТ 25336;
- стаканчик для взвешивания СВ-19/9 (24/10) по ГОСТ 25336;
- цилиндры 1 (3)-50, 1 (3)-100, 1 (3)-250 по ГОСТ 1770;
- сосуд Дьюара;
- азот жидкий по ГОСТ 9293;
- спирт этиловый ректифицированный технический высшего сорта по ГОСТ 18300;
- метанол-яд, ч.д.а., по ГОСТ 6995;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709.

Допускается применять другие средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы, имеющие технические и метрологические характеристики, не уступающие указанным.

### 3.1.3 Условия проведения испытаний

При выполнении испытаний в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

|   |   |
|---|---|
| температура окружающего воздуха . . . . . | (20 ± 5) °С;                              |
| атмосферное давление . . . . .            | 84 — 106,7 кПа<br>(630 — 800 мм рт. ст.); |
| относительная влажность воздуха . . . . . | не более 80 % при 25 °С;                  |
| частота переменного тока . . . . .        | (50 ± 1) Гц;                              |
| напряжение в сети . . . . .               | (220 ± 22) В.                             |

### 3.1.4 Подготовка к испытанию

#### 3.1.4.1 Подготовка проб

Для испытания гранулы полиамида измельчают на вибрационном измельчителе по инструкции, прилагаемой к прибору.

Для измельчения полиамида 12 и 610 измельчающий пестик вибрационного измельчителя предварительно охлаждают до температуры жидкого азота в сосуде Дьюара вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Для этого измельчающий пестик помещают в металлический стакан вибрационного измельчителя, взвешивают около 50,0 г полиамида, засыпают навеску в металлический стакан, заливают ее 250—300 см<sup>3</sup> жидкого азота порциями в течение 1—3 мин, выдерживают 5—10 мин и измельчают.

Измельченный полиамид просеивают и отбирают фракцию, проходящую через сито № 1 и задерживающуюся на сите № 0,5.

Если массовая доля воды в полиамиде превышает 3 %, то перед испытанием ее определяют по методу, предусмотренному нормативной или технической документацией на конкретный материал.

#### 3.1.4.2 Подготовка экстракционного пакета

Экстракционный пакет из стеклоткани размером 4 × 9 см выдерживают в муфельной печи при (350 ± 50) °С в течение 5—10 мин. Перед первым применением пакет из стеклоткани или полиамидной ткани экстрагируют в течение 3 ч кипящим этиловым спиртом или метанолом, сушат в течение 2 ч при (40 ± 5) °С и давлении 2,7 кПа или при (80 ± 5) °С и взвешивают.

### 3.1.5 Проведение испытания

Около 5,000 г просеянного полиамида из фракции, оставшейся на сите с сеткой 0,5, взвешивают в предварительно взвешенном экстракционном пакете, помещают в насадку НЭТ, к которой присоединяют шариковый холодильник. В предварительно высушенную при температуре (80 ± 5) °С в течение 2—3 ч и взвешенную круглодонную колбу заливают 150 см<sup>3</sup> соответствующего экстрагента и соединяют с насадкой НЭТ через переход П-1.

Экстрагирование проводят в течение (3,0 ± 0,2) ч, при этом каждую секунду из шарикового холодильника должны стекать 1—2 капли экстрагента. Колбу отсоединяют так, чтобы весь экстрагент остался в колбе, далее экстракционный пакет промывают 2—3 раза горячим экстрагентом порциями по 15 см<sup>3</sup>, которые присоединяют к экстрагенту в колбе и ведут его отгонку. Затем колбу с остатком помещают в вакуумный шкаф, сушат в течение (6,0 ± 0,1) ч при (40 ± 2) °С и остаточном давлении 2,7 кПа (20 мм рт. ст.) или в сушильном шкафу при (80 ± 5) °С и взвешивают. Результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Массу сухого остатка находят по разности взвешиваний колбы с остатком и чистой колбы.

При возникновении разногласий в оценке массовой доли экстрагируемых веществ в качестве экстрагента применяют метанол.

### 3.1.6 Обработка результатов

Массовую долю экстрагируемых веществ  $X$ , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 100}{m} \quad (1)$$

Если массовая доля воды в полиамиде превышает 3 %, то массовую долю экстрагируемых веществ  $X$  вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 100}{m - \left( \frac{mW}{100} \right)} \quad (2)$$

где  $m_1$  — масса остатка после высушивания экстракта, г;  
 $m$  — масса навески испытуемого материала, г;  
 $W$  — массовая доля воды, определяемая по 3.1.4.1, %.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных по 3.1.5, расхождение между которыми не должно превышать значений предела повторяемости  $r_{абс}$ .

Предел повторяемости  $r_{абс}$  — 0,1 %, предел воспроизводимости  $R_{абс}$  — 0,4 % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Результаты испытаний заносят в протокол испытания, оформленный в соответствии с приложением А.

## 4 Методы определения массовой доли водорастворимых низкомолекулярных соединений

### 4.1 Объемный метод (метод 2)

Метод основан на извлечении низкомолекулярных соединений путем экстракции кипящей водой с последующим превращением их в сульфат аммония и определением массовой доли общего азота по методу Кьельдаля.

Метод позволяет определять массовую долю низкомолекулярных соединений в диапазоне от 1,5 % до 5,0 %.

#### 4.1.1 Отбор проб

Отбор проб полиамида 6 — по документации на материал [4] — [7].

Отбор проб полиамидных волокон — по ГОСТ 6611.0 и ГОСТ 10213.0.

Отбор проб полиамидных (капроновых) технических (кордных) тканей — по ГОСТ 23785.0 и ГОСТ 29104.0.

Для определения массовой доли низкомолекулярных соединений отбирают пробу полиамида 6, полиамидных волокон или тканей массой около 75 г.

#### 4.1.2 Аппаратура, материалы, реактивы

Для проведения испытания применяют:

- весы специального (I) класса точности по ГОСТ 24104, наибольший предел взвешивания (НПВ) — 200 г, цена деления ( $d$ ) — 0,0001 г;
- шкаф сушильный, поддерживающий температуру  $(75 \pm 5) ^\circ\text{C}$ ;
- аппарат для встряхивания;
- плитку электрическую закрытого типа мощностью 1 кВт;
- прибор для отгонки аммиака (аналогично ГОСТ 16922), состоящий из перегонной круглодонной колбы К-2-500-34 ТХС или К-1-500-29/32 ТС по ГОСТ 25336; каплеуловителя КО-100 ХС (КО-14/23-100) по ГОСТ 25336; холодильника шарикового ХШ-3-300 ХС по ГОСТ 25336; воронки ВД-3-50 ХС по ГОСТ 25336 и колбы приемника — колбы Кн-2-500-34(40) ТХС по ГОСТ 25336 с нанесенной меткой на  $250 \text{ см}^3$ ;
- колбы К-1-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336;
- холодильники шариковые ХШ-1-300(400)-29/32 ХС по ГОСТ 25336;
- колбы Кн-1-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336;
- колбы Кьельдаля 1-500-29/32 ТС по ГОСТ 25336;
- воронки В-75-110(80) ХС по ГОСТ 25336;
- цилиндры 1 (3)-50, 1 (3)-100, 1 (3)-250 по ГОСТ 1770;
- пипетку 2-2-10 по ГОСТ 29169;
- бюретки 1-1(3)-2-10-0,05; 1-2(3)-2-25-0,1 по ГОСТ 29251, ГОСТ 29252;
- стаканчики СН-60/14 по ГОСТ 25336;
- эксикатор 2-190 (250) по ГОСТ 25336;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, х.ч., концентрированную и раствор молярной концентрации  $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ ;
- натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$  и раствор с массовой долей 40 %;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- спирт этиловый ректификованный технический высшего сорта по ГОСТ 18300;
- калий сернокислый по ГОСТ 4145, х.ч.;
- медь (II) сернокислую 5-водную по ГОСТ 4165, ч. д. а.;
- цинк гранулированный;

- индикатор смешанный, приготовленный растворением 0,125 г метилового красного и 0,082 г метиленового синего в 100 см<sup>3</sup> этилового спирта;

- катализатор, приготовленный следующим образом: 100,00 г сернокислого калия и 0,60 г сернокислой меди тщательно растирают в фарфоровой ступке или размалывают на мельнице любого типа.

Допускается для отгонки аммиака использовать универсальный холодильник (приложение Б). Нижняя отводная трубка холодильника должна быть оттянута и доходить почти до дна колбы-приемника.

Допускается применять другие средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы, имеющие технические и метрологические характеристики, не уступающие указанным.

#### 4.1.3 Условия проведения испытаний

Условия проведения испытаний — по 3.1.3.

В воздухе лаборатории не должно быть паров аммиака.

#### 4.1.4 Подготовка к испытанию

##### 4.1.4.1 Подготовка проб

Для испытания полиамида 6 пробу готовят по документации на материал [4] — [7].

Для испытания полиамидных волокон и тканей взвешивают 3,1 — 3,2 г образца, помещают его в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и удаляют замасливатель по ГОСТ 29332 с использованием аппарата для встряхивания.

Растворитель сливают, образец вынимают пинцетом из колбы, отжимают между листами фильтровальной бумаги, помещают в стаканчик для взвешивания (бюкса) и сушат при температуре (75 ± 5) °С в течение 2 ч. Затем бюксу с образцом помещают в эксикатор и выдерживают в течение 30 мин.

#### 4.1.5 Проведение испытания

Из подготовленной по 4.1.4.1 пробы взвешивают (1,0000 ± 0,0500) г образца, помещают его в круглодонную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и прибавляют в колбу 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Колбу соединяют с шариковым холодильником, устанавливают на электрическую плитку и проводят экстракцию в течение (2,0 ± 0,1) ч. Началом экстракции считают момент закипания воды.

Горячий экстракт фильтруют в колбу Кьельдаля, используя любой фильтр. Колбу и остаток на фильтре промывают двумя порциями по 25 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, присоединяя промывные воды к экстракту в колбе Кьельдаля, прибавляют 7,50 г катализатора и 10 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты. Содержимое колбы упаривают на электроплитке до появления белых паров серной кислоты, после чего нагревание продолжают еще (45 ± 5) мин.

Охлажденный остаток с помощью 250 см<sup>3</sup> дистиллированной воды количественно переносят в перегонную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, добавляют одну гранулу цинка и соединяют колбу с прибором для отгонки аммиака. Приемником служит коническая колба вместимостью 500 см<sup>3</sup>, в которую помещают пипеткой 10 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты молярной концентрации  $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>, цилиндром 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 5—7 капель смешанного индикатора.

Отводную трубку холодильника погружают в жидкость, находящуюся в приемнике. Через капельную воронку в колбу добавляют 40 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия с массовой долей 40 %. Воронку промывают небольшим количеством дистиллированной воды и заливают дистиллированной водой.

Аммиак отгоняют на электроплитке до тех пор, пока общий объем в приемнике не составит 250 см<sup>3</sup>. По окончании перегонки опускают колбу-приемник, отгоняют небольшое количество жидкости и обмывают отвод холодильника небольшим количеством дистиллированной воды. Избыток серной кислоты оттитровывают раствором гидроокиси натрия молярной концентрации  $c(\text{NaOH}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> в присутствии смешанного индикатора до перехода окраски индикатора в зеленый цвет.

Параллельно проводят контрольный опыт, помещая в колбу Кьельдаля 150 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 10 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты и 7,50 г катализатора по вышеописанной методике.

Допускается отгонку аммиака проводить:

- с использованием универсального холодильника (приложение Б);

- непосредственно из колбы Кьельдаля вместимостью 500 см<sup>3</sup>, добавив к охлажденному остатку 250 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и одну гранулу цинка.

#### 4.1.6 Обработка результатов

Массовую долю низкомолекулярных соединений  $X_1$ , %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{0,0113k(V_1 - V_2)}{m} \cdot 100, \quad (3)$$

где 0,0113 — масса низкомолекулярных соединений, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно  $c(\text{NaOH}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>, г/см<sup>3</sup>;



- $V_1$  — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации  $c$  (NaOH) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование пробы контрольного опыта, см<sup>3</sup>;
- $V_2$  — объем раствора гидроокиси натрия концентрации  $c$  (NaOH) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см<sup>3</sup>;
- $k$  — коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия молярной концентрации  $c$  (NaOH) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>;
- $m$  — масса навески, г.

Результат вычисляют до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных по 4.1.5, расхождение между которыми не должно превышать значений предела повторяемости  $r_{абс}$ .

Предел повторяемости  $r_{абс}$  — 0,2 %; предел воспроизводимости  $R_{абс}$  — 0,7 % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Результаты испытания заносят в протокол испытания, оформленный в соответствии с приложением А.

## 4.2 Интерферометрический метод (метод 3)

Метод основан на извлечении низкомолекулярных соединений путем экстракции кипящей водой с последующим измерением разности показателей преломления водного раствора низкомолекулярных соединений и воды и определением массовой доли низкомолекулярных соединений по предварительно построенному градуировочному графику.

Метод позволяет определять массовую долю низкомолекулярных соединений в диапазоне от 1,5 % до 5,0 %.

### 4.2.1 Отбор проб

Отбор проб — по 4.1.1.

### 4.2.2 Аппаратура, материалы, реактивы

Для проведения испытания применяют:

- интерферометр типа ЛИР;
- кюветы интерферометра длиной 40 или 80 мм;
- колбу К-1-2000-45/40 ТС по ГОСТ 25336;
- колбы 2-100-2 по ГОСТ 1770;
- холодильник шариковый ХШ-2-250-45/40 ХС по ГОСТ 25336;
- цилиндр 1-1000 по ГОСТ 1770;
- бюретку 1-1-2-100-02 по ГОСТ 29251, ГОСТ 29252;
- пипетки 2-2-25 и 2-2-100 по ГОСТ 29169;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709.

Допускается применять другие средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы, имеющие технические и метрологические характеристики, не уступающие указанным.

### 4.2.3 Условия проведения испытаний

Условия проведения испытаний — по 3.1.3.

### 4.2.4 Подготовка к испытанию

#### 4.2.4.1 Подготовка проб

Подготовка проб — по 4.1.3.

#### 4.2.4.2 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика взвешивают около 30,0 г полиамида 6 или отмытого от замасливателя по ГОСТ 29332 волокна, помещают в колбу вместимостью 2000 см<sup>3</sup>, прибавляют 1000 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и кипятят с шариковым холодильником в течение  $(2,0 \pm 0,1)$  ч.

Горячий раствор фильтруют через любой фильтр. После охлаждения раствора до комнатной температуры определяют массовую концентрацию низкомолекулярных соединений в экстракте по 4.1.5 настоящего стандарта, помещая в колбу Кьюльдаля 100 см<sup>3</sup> экстракта при массовой доле низкомолекулярных соединений в образце 5 % и менее или 25 см<sup>3</sup> экстракта и 75 см<sup>3</sup> дистиллированной воды при массовой доле низкомолекулярных соединений в образце более 5 %.

Массовую концентрацию низкомолекулярных соединений  $C_0$ , мг/см<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$C_0 = \frac{0,0113k(V_1 - V_2) \cdot 1000}{V_3}, \quad (4)$$

где 0,0113 — масса низкомолекулярных соединений, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно  $c$  (NaOH) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, г/см<sup>3</sup>;

$k$  — коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия молярной концентрации  $c$  (NaOH) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации  $c$  (NaOH) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование пробы контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации  $c$  (NaOH) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование анализируемого экстракта, см<sup>3</sup>;

$V_3$  — объем экстракта, взятый для испытания, см<sup>3</sup>.

В мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> из бюретки помещают 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 и 100 см<sup>3</sup> экстракта с известной массовой концентрацией низкомолекулярных соединений, объем раствора во всех колбах доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Одну кювету интерферометра заполняют дистиллированной водой, вторую последовательно анализируемыми растворами. Кюветы помещают в термокамеру прибора, заполненную дистиллированной водой, и после установления четкой картины интерференционных полос совмещают верхнюю и нижнюю части интерференционной картины и снимают показания микрометрического винта.

Нуль прибора устанавливают при заполнении обеих кювет дистиллированной водой.

По полученным данным строят градуировочную зависимость, откладывая по оси абсцисс массу низкомолекулярных соединений в миллиграммах, по оси ординат — показания микрометрического винта.

Градуировочная зависимость аппроксимируется линейным уравнением:

$$y = bx, \quad (5)$$

где  $y$  — показания микрометрического винта, деление;

$b$  — коэффициент уравнения, вычисляемый методом наименьших квадратов;

$x$  — масса низкомолекулярных соединений, мг.

График полученного линейного уравнения принимается в качестве градуировочного графика, если отклонение от него точек градуировочной зависимости по оси ординат составляет не более  $\pm 5$  делений микрометрического винта.

Градуировочный график проверяют не реже одного раза в три месяца, а также при смене кювет и интерферометра.

Допускается при определении содержания экстрагируемых веществ в полиамиде 6 после литья и вторичном полиамиде 6 градуировочный график строить по капролактаму. Для чего в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 см<sup>3</sup> стандартного раствора капролактама, содержащего 1 мг капролактама в 1 см<sup>3</sup>. Доводят объемы растворов до метки дистиллированной водой, перемешивают и измеряют разность показателей преломления в условиях, описанных выше.

#### 4.2.5 Проведение испытания

Горячий экстракт, полученный по 4.1.5, фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, используя любой фильтр, и охлаждают до комнатной температуры. Экстракционную колбу ополаскивают небольшим количеством дистиллированной воды 2 — 3 см<sup>3</sup> и фильтруют промывную воду в мерную колбу с экстрактом, доводя объем раствора до метки. При недостаточном количестве промывной воды объем раствора в мерной колбе до метки доводят дистиллированной водой.

Заполняют экстрактом кювету интерферометра и проводят измерение в условиях, описанных при построении градуировочного графика.

Массу низкомолекулярных соединений в миллиграммах определяют по градуировочному графику.

#### 4.2.6 Обработка результатов

Массовую долю низкомолекулярных соединений  $X_2$ , %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_2}{1000m} 100 = \frac{m_2}{10m}, \quad (6)$$

где  $m_2$  — масса низкомолекулярных соединений, найденная по градуировочному графику, мг;

$m$  — масса навески, г.

Результат вычисляют до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных по 4.2.5, расхождение между которыми не должно превышать значений предела повторяемости  $r_{абс}$ .

Предел повторяемости  $r_{абс}$  — 0,2 % ; предел воспроизводимости  $R_{абс}$  — 0,7 % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Результаты испытаний заносят в протокол испытания, оформленный в соответствии с приложением А.

При возникновении разногласий в оценке массовой доли низкомолекулярных соединений испытания проводят объемным методом (метод 2).

**Приложение А  
(обязательное)**

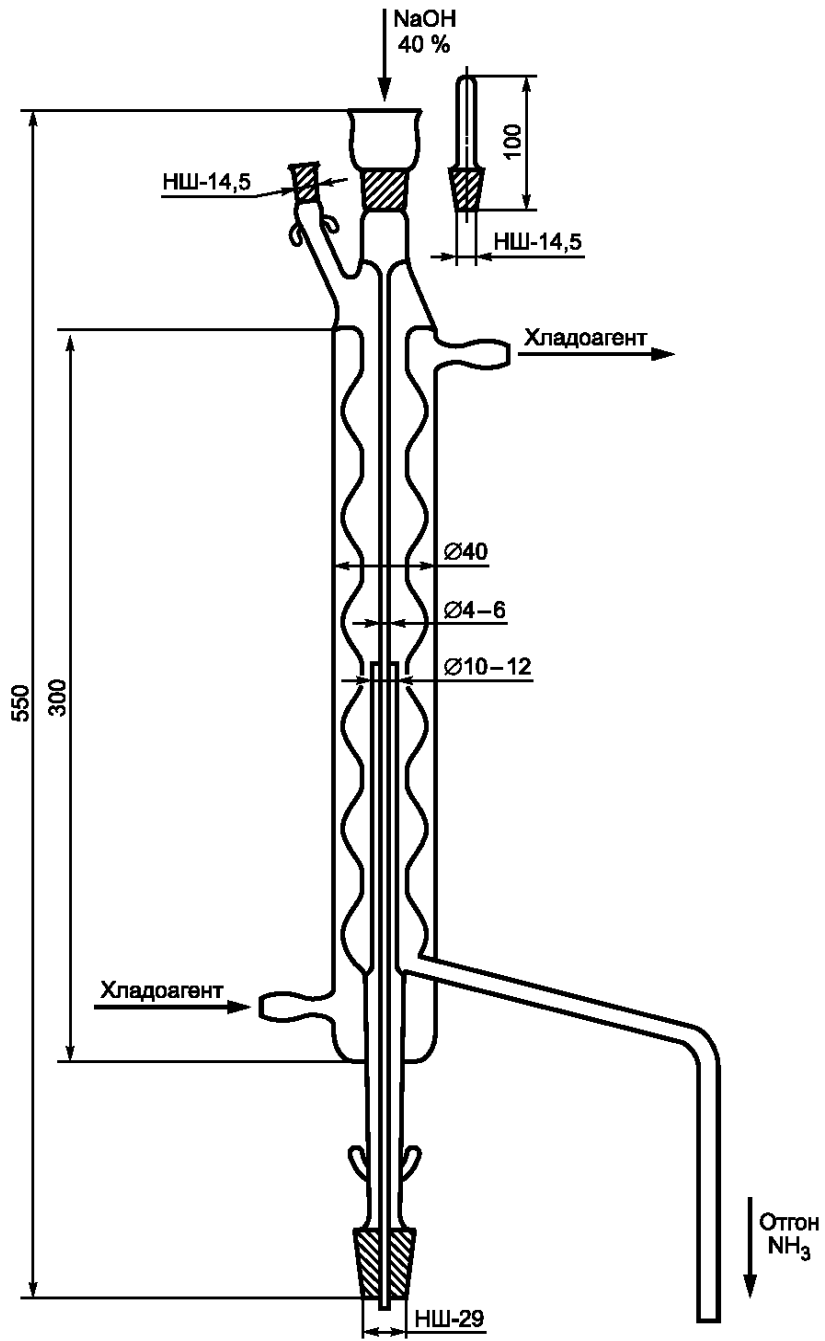
**Протокол испытания**

Протокол испытания должен содержать:

- наименование и марку материала;
- обозначение и наименование документации на материал;
- номер партии;
- используемый метод определения;
- применяемый экстрагент;
- результаты испытания;
- дату испытания;
- подпись ответственного за проведение испытания;
- обозначение настоящего стандарта.

Приложение Б  
(справочное)

Холодильник универсальный



**Библиография**

- [1] ТУ 6-05-211-1411—85 Композиции на основе полиамида
- [2] ТУ 6-06-230—91 Полиамид углеродонаполненный марки ПА 6-ЛМ-УВ
- [3] ТУ 6-06-256—92 Полиамид 6 вторичный термо- и светостабилизированный окрашенный марок ПА 6-ЛТ/СО и ПА 6-ЛТ/СО-С
- [4] ОСТ 6-06-С9—93 Полиамид 6. Технические условия
- [5] ТУ 6-06-С143—84 Продукт ПВ. Технические условия
- [6] ТУ 6-13-3—88 Полиамид 6 вторичный
- [7] ТУ РБ 00206262-151—97 Полиамид 6 (пищевой)

Ключевые слова: гравиметрический, объемный, интерферометрический методы, экстракция, экстрагируемые вещества, низкомолекулярные соединения, полиамид, волокно и ткани полиамидные

---

Редактор *Л.В. Коретникова*  
Технический редактор *Н.С. Гришанова*  
Корректор *Р.А. Ментова*  
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 22.05.2006. Подписано в печать 26.06.2006. Формат 60×84  $\frac{1}{8}$ . Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.  
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,15. Тираж 180 экз. Зак. 433. С 2981.

---

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)  
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ.  
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.