МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОЖА

Метод определения содержания золы

Leather. Method of determination of ash content

ГОСТ 938.2—67

Взамен ГОСТ 938—45 в части п. 53

МКС 59.140.30

Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР 9 февраля 1967 г. Дата введения установлена

с 01.07.67

Постановлением Госстандарта СССР от 20.11.91 № 1766 снято ограничение срока действия

Настоящий стандарт распространяется на кожу всех видов и устанавливает метод определения содержания в ней общей золы.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях, устанавливающих технические требования на кожу.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб производят по ГОСТ 938.0—75.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

2.1. Для определения содержания золы должны применяться следующие аппаратура, реактивы, материалы:

весы по ГОСТ 24104—2001;

печь муфельная электрическая с устойчивой температурой не ниже 800 °С с отверстиями в передней и задней стенках;

термопара хромель-алюмель по ГОСТ 3044—84*.

милливольтметр с градуировкой шкалы до 1000 °С;

тигельные щипцы длиной 530 мм;

фарфоровые тигли низкие № 5 по ГОСТ 9147—80;

эксикаторы по ГОСТ 25336—82;

металлическая плита площадью 1000 см^2 и толщиной не менее 1,5 см;

аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77;

перекись водорода (пергидроль) по ГОСТ 177—88, 3 %-ный раствор;

спирт этиловый технический (гидролизный) по ГОСТ 17299—78;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

метилен хлористый чистый.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Пробы кож измельчают по ГОСТ 938.0—75.

3.2. Если кожа содержит органометаллические соединения, например силиконы, то перед определением содержания общей золы необходимо навеску кожи тщательно проэкстрагировать хлористым метиленом.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 8.585—2001.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменениями № 1, 2, утвержденными в августе 1981 г., ноябре 1991 г. (ИУС 11—81, 2—92).

gost.e-ecolog.ru

3.3. Для определения содержания общей золы допускают использование навески кожи после определения содержания в ней влаги.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Навеску измельченной кожи 2—5 г обугливают в предварительно прокаленном, доведенном до постоянной массы фарфоровом тигле на слабом пламени газовой горелки или помещают тигель в холодную муфельную печь, после чего включают ток. В этих условиях процесс обугливания протекает при низкой температуре и успевает закончиться прежде чем муфель раскалится. Когда выделение паров и газов прекратится, т. е. процесс обугливания закончится и начнется процесс сжигания угля, нагрев постепенно усиливают и доводят до нижней части тигля до температуры 500—600 °С, соответствующей слабокрасному калению. Сжигание можно считать законченным, когда в тигле совершенно исчезнут частички угля. Если озоление замедлилось и имеются несгорающие частицы, озоление можно ускорить, для чего охлажденную золу слегка смачивают 10 %-ным раствором азотнокислого аммония (3 %-ным раствором перекиси водорода, спиртом или дистиллированной водой), выпаривают досуха на водяной бане, подсушивают и затем снова прокаливают. Для ускорения охлаждения тиглей с зольным остатком перед взвешиванием их помещают на 10 мин вместо эксикатора на металлическую плиту.

4.2. Допускается проводить испытание по ИСО 4047—77 в соответствии с приложением.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

5. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЯ

5.1. Содержание общей золы ($X_з$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_з = \frac{m_1}{m} \cdot 100,$$

где m — навеска кожи в г;

m_1 — масса зольного остатка в г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2. Определение производят по двум параллельным навескам кожи.

Результатом определения считают среднее арифметическое двух параллельных определений.

5.3. Допускаемое отклонение от среднего арифметического двух параллельных определений не должно превышать значений, указанных в таблице.

Содержание золы, %	Допускаемое отклонение, %
До 4,0	± 0,1
Св. 4,0 » 10,0	± 0,2
» 4,0 » 10,0	± 0,2
» 10,0 » 15,0	± 0,3
» 15,0	± 0,4

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.4. Результат определения подсчитывают с точностью до второго десятичного знака. Окончательный результат дается с одним десятичным знаком, причем второй десятичный знак, если он равен или менее 5, отбрасывают, а если он более 5 — отбрасывают с прибавлением единицы к первому десятичному знаку.

5.5. Пересчет результатов анализа на абсолютную сухую кожу или на кожу с условным содержанием влаги производят по ГОСТ 938.1—67.

ПРИЛОЖЕНИЕ

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ ИСО 4047—77
КОЖА. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО СОДЕРЖАНИЯ СУЛЬФАТИРОВАННОЙ ЗОЛЫ И СУЛЬФАТИРОВАННОЙ ВОДОНЕРАСТВОРИМОЙ ЗОЛЫ

0. Введение

Содержание неорганических веществ при озолении кожи может отличаться от фактического вследствие разложения, восстановления или испарения некоторых солей. При обработке золы серной кислотой соли и окислы превращаются в сульфаты, однако некоторые соли могут снова перейти в окислы при установленной температуре воспламенения.

Чтобы определить общее содержание неорганических веществ, например, в процессе анализа кожи, водорастворимые и водонерастворимые неорганические вещества можно определить каждое в отдельности в соответствии с настоящим стандартом.

Соли аммония нельзя определить данным методом (сравните со стандартом ИСО 4098).

1. Содержание и область применения

В международном стандарте описан метод определения общего содержания сульфатированной золы и сульфатированной водонерастворимой золы кожи.

Метод применим ко всем типам кожи. Точность измерений зависит от содержания в коже металлоорганических соединений, например, силикона (см. примечание 1 в разд. 8.1).

2. Список литературы

ИСО 2418 — Кожа. Лабораторные образцы. Размещение и маркировка.

ИСО 2588 — Кожа. Отбор образцов. Обозначение порядкового номера образцов.

ИСО 4044 — Кожа. Подготовка образцов для химических испытаний.

ИСО 4098 — Кожа. Определение водорастворимого вещеетва, водорастворимого неорганического вещества и водорастворимого органического вещества.

3. Используемая терминология

В целях облегчения пользования международным стандартом предлагается следующая терминология:

3.1. Общее содержание сульфатированной золы — остаток от карбонизированной кожи при 800 °С после сульфатирования золы при соответствующих условиях.

3.2. Сульфатированная водонерастворимая зола — остаток, получаемый при предварительном экстрагировании кожи водой в соответствии со стандартом ИСО 4098 и карбонизации после сульфатирования золы при соответствующих условиях.

4. Принцип метода обработки

Карбонизация кожи включает обработку серной кислотой и озоление в открытом тигле.

5. Реактивы

В процессе анализа следует применять только признанные аналитические реактивы, дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

5.1. Применяют приблизительно 2 н. раствор серной кислоты.

5.2. Применяют приблизительно 100 г/л раствора нитрата аммония.

6. Оборудование

Применяют обычное лабораторное оборудование, в частности:

6.1. Тигли и чашки из глазированного фарфора, платины или кварца.

6.2. Муфельную печь для работы при температуре не выше 800 °С (см. примечание 4 в разд. 8.1).

7. Отбор образцов

7.1 Куски кожи

В связи с отсутствием других мнений относительно отбора образцов между заинтересованными организациями отбор образцов следует осуществлять в соответствии с методикой, регламентированной стандартом ИСО 2588 по отбору образцов из партии.

7.2. Другие способы отбора образцов

Отбор образцов следует осуществлять в соответствии с имеющимися спецификацией или контрактом.

8. Методы определения

8.1. Общее содержание сульфатированной золы

Образец изготовляют в соответствии со спецификацией ИСО 4044 (см. примечание 1). Взвешивают образец весом от 2 до 5 г с точностью до 0,001 г, тщательно его карбонизируют на слабом пламени в тигле (разд. 6.1), который предварительно нагревают до 800 °С, охлаждают и взвешивают, чтобы обеспечить медлен-

ное горение кожи. Жированную кожу карбонизируют особенно тщательно, так чтобы жир горел очень медленно. Затем тщательно отволаживают кожу раствором серной кислоты (разд. 5.1) и подогревают на слабом пламени до полного исчезновения дымов сернистого ангидрида. После этого сильно подогревают, воспламеняют в печи (см. примечание 2), температура в которой составляет 800 °С, и держат до полного превращения в золу (см. примечания 2, 3 и 4). Охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Операции отволаживания кожи раствором серной кислоты, нагрева, охлаждения и взвешивания повторяют до получения постоянной массы остатка (см. примечание 5).

Примечания:

1. До определения общего содержания сульфатированной золы кожу, пропитанную летучими металлоорганическими соединениями, желательно экстрагировать дихлорометаном.

2. Если не содержащий углерода остаток нельзя получить даже при температуре нагрева 800 °С, остаток следует незначительно смочить раствором нитрата аммония (разд. 5.2) и повторять нагрев до полного освобождения золы от углерода.

3. Если полное озоление невозможно даже при применении раствора нитрата аммония, то следует экстрагировать содержимое тигля горячей водой и отфильтровать его через беззольную фильтровальную бумагу. Содержащий углерод остаток вместе с фильтровальной бумагой превращают в золу, добавляют фильтрат в содержимое тигля, выпаривают над водяной баней и снова подогревают при 800 °С до полного удаления следов видимого углерода, затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

4. При температурах выше 800 °С возможна потеря массы остатка вследствие испарения некоторых неорганических солей. По этой причине необходим тщательный контроль, чтобы не допустить превышения максимальной температуры печи, равной 800 °С.

5. Общее содержание сульфатированной золы следует сохранить, если это требуется для определения ее составляющих (например, окиси хрома, окиси алюминия и окиси железа) и для определения катионов в неорганических примесях.

8.2. Сульфатированная водонерастворимая зола

Водорастворимые вещества из мездряной кожи экстрагируют в соответствии с ИСО 4098. Сушат экстрагированный образец на воздухе (см. примечание). Далее выполняют операции в соответствии с разд. 8.1.

Примечание. Для определения фосфатированной водонерастворимой золы совершенно необязательно превращать в золу всю экстрагированную и высушенную кожу, оставшуюся после определения водорастворимого вещества в соответствии с ИСО 4098. Оставшуюся высушенную на воздухе кожу можно смешать, взвесить и соответствующую часть превратить в золу.

9. Результаты

9.1.1. Общую массовую долю сульфатированной золы в процентах вычисляют по формуле

$$\frac{m_1}{m_0} \cdot 100,$$

где m_1 — масса общего содержания сульфатированной золы в граммах;

m_0 — масса первоначального образца кожи в граммах.

9.2.1. Массовую долю сульфатированной водонерастворимой золы в процентах вычисляют по формуле

$$\frac{m_2}{m_0} \cdot 100,$$

где m_2 — масса сульфатированной водонерастворимой золы в граммах.

Примечание. Процентное содержание сульфатированной водонерастворимой золы можно рассчитать также путем вычитания процентного содержания сульфатированной золы в водорастворимом веществе из процентного общего содержания сульфатированной золы, если каждая из этих величин определена в отдельности.

9.2. Воспроизводимость результатов

Результаты повторных измерений, выполняемых одним и тем же оператором с использованием массы первоначального образца, не должны отличаться более, чем на 0,1 %. Если разница в результатах все же большая, то измерения следует повторить.

10. Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать следующие данные:

а) ссылку на данный международный стандарт;

б) полную маркировку образца;

в) полученные результаты с точностью до десятичного знака и среднее значение;

г) точное описание обстоятельств, которые могут повлиять на результаты измерений.

ПРИЛОЖЕНИЕ. **(Введено дополнительно, Изм. № 2).**

gost.e-ecolog.ru