ГОСТ 9213—77

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ШКУРКИ МЕХОВЫЕ И ОВЧИНА ШУБНАЯ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ АЛЮМИНИЯ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 675.03:546.621.06:006.354 Группа М29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ШКУРКИ МЕХОВЫЕ И ОВЧИНА ШУБНАЯ

Метод определения содержания алюминия

ГОСТ 9213—77

Fur skins and fur coat sheepskin.
Method of determination of aluminium content

ОКСТУ 8909

Дата введения 01.07.78

Настоящий стандарт распространяется на выделанные меховые шкурки, невыделанные меховые шкурки и шубную овчину кислотно-солевого консервирования и устанавливает метод определения алюминия в кожевой ткани.

1. МЕТОД ОТБОРА ОБРАЗЦОВ

1.1. Отбор образцов — по ГОСТ 9209.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

2.1. Для проведения анализа должны применяться:
весы аналитические типа ВЛА-200г-М или другие с той же погрешностью взвешивания;
весы технические типа ВТ2—200 или другие с той же погрешностью взвешивания;
плитка электрическая по ГОСТ 14919;
колба плоскодонная вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336;
колба коническая вместимостью 250 и 500 см^3 по ГОСТ 25336;
колба мерная вместимостью 200 и 1000 см^3 по ГОСТ 1770;
цилиндр измерительный вместимостью 10 см^3 по ГОСТ 1770;
пипетка вместимостью 5, 10 и 50 см^3 по НТД;
бюретка вместимостью 10 и 50 см^3 по НТД;
воронка стеклянная по ГОСТ 25336;
фильтры среднефильтрующие;
вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;
аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей аммиака 28—25% и раствор 1 : 1;
кислота азотная по ГОСТ 4461, концентрированная;
кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная и раствор 1:3;
кислота хлорная, раствор с массовой долей хлорной кислоты 40%;
калий хлорнокислый;
кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1 : 1;
марганца (IV) окись по ГОСТ 4470;
аммоний хлористый по ГОСТ 3773;
магний сернокислый по ГОСТ 4523, х. ч.;
соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652;
цинк сернокислый по ГОСТ 4174;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 2002

натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей гидроокиси натрия 10%;
уротропин фармакопейный, сухой;
кислотный хромовый темно-синий индикатор;
ксиленоловый оранжевый индикатор;
тропеолин ОО индикатор, раствор с массовой долей тропеолина 0,1%;
бумага индикаторная универсальная.
(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Подготовка пробы кожевой ткани к анализу — по ГОСТ 9209.

3.2. Допускается использовать навеску кожевой ткани после определения в ней содержания влаги.

3.3. Аммиачный буферный раствор готовят следующим образом: 10 г хлористого аммония растворяют в дистиллированной воде, прибавляют 50 см³ раствора аммиака с массовой долей 28—25% и доводят объем раствора до 500 см³ дистиллированной водой.
(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4. Приготовление растворов индикаторов

3.4.1. Раствор кислотного хромового темно-синего с массовой долей 0,5% готовят следующим образом: 0,5 г кислотного хромового темно-синего индикатора растворяют в 10—20 см³ аммиачного буферного раствора и доводят объем раствора до 100 см³ спиртом.

3.4.2. Раствор ксиленолового оранжевого с массовой долей 0,2% готовят следующим образом: 0,2 г ксиленолового оранжевого индикатора растворяют в 50 см³ дистиллированной воды и доводят объем раствора до 100 см³ спиртом.

3.5. Растворы сернокислого магния концентрации 0,01 или 0,1 моль/дм³ готовят из фиксанала. При отсутствии фиксанала для приготовления раствора концентрации 0,1 моль/дм³ отвешивают 12,3250 г магния сернокислого.

3.6. Раствор сернокислого цинка концентрации 0,05 моль/дм³ готовят следующим образом: 14,38 г сернокислого цинка растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора в мерной колбе до 1 дм³ дистиллированной водой. При неполном растворении сернокислого цинка раствор фильтруют.

3.7. Раствор трилона Б концентрации 0,05 моль/дм³ готовят следующим образом: 18,62 г трилона Б растворяют в 100—150 см³ горячей кипяченой дистиллированной воды. После охлаждения объем раствора доводят в мерной колбе до 1 дм³ холодной кипяченой водой.

Раствор трилона Б сохраняют в полиэтиленовых или парафинированных изнутри стеклянных сосудах.

Поправку для приведения раствора трилона Б к раствору концентрации точно 0,05 моль/дм³ устанавливают следующим образом: к 50 см³ раствора сернокислого магния концентрации точно 0,01 моль/дм³ или 5 см³ раствора сернокислого магния концентрации точно 0,1 моль/дм³ прибавляют 5 см³ свежеприготовленного аммиачного буферного раствора, 5—7 капель раствора кислотного хромового темно-синего и 50 см³ дистиллированной воды. Раствор тщательно перемешивают и медленно титруют раствором трилона Б до перехода винно-красной окраски раствора в синюю.

Поправку (K) для приведения концентрации раствора трилона Б к концентрации точно 0,05 моль/дм³ вычисляют по формуле

$$K = \frac{5}{V},$$

где V — объем раствора трилона Б концентрации 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование 50 см³ раствора сернокислого магния концентрации 0,01 моль/дм³ или 5 см³ раствора сернокислого магния концентрации 0,1 моль/дм³, см³.

Если раствор сернокислого магния готовят не из фиксанала, количество миллилитров раствора сернокислого магния надо умножить на его поправку.

3.8. Относительную концентрацию раствора сернокислого цинка по раствору трилона Б определяют следующим образом: 10 см³ раствора трилона Б концентрации 0,05 моль/дм³ помещают в колбу для титрования, прибавляют 40 см³ дистиллированной воды и нагревают до кипения.

К горячему раствору прибавляют 1 см³ раствора ксиленолового оранжевого, уротропин (до pH 5,5) и титруют раствором сернокислого цинка концентрации 0,05 моль/дм³ до перехода желтой окраски раствора в малиново-красную.

Относительную концентрацию раствора сернокислого цинка по раствору трилона Б (a) вычисляют по формуле

$$a = \frac{V_1}{V_2},$$

где V_1 — объем раствора трилона Б концентрации 0,05 моль/дм^3, см^3;

V_2 — объем раствора сернокислого цинка концентрации 0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3.

3.9. В качестве окислительной смеси применяют смесь следующего состава: 100 см^3 раствора хлорной кислоты с массовой долей 40% и 35 см^3 концентрированной серной кислоты.

3.4.1—3.9. **(Измененная редакция, Изм. №2).**

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску измельченной кожевой ткани массой 1,0—1,5 г взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г, помещают в плоскодонную колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют 20 см^3 окислительной смеси, приготовленной, как указано в п. 3.9, и 8 см^3 азотной кислоты или 6,0—6,5 г хлорнокислого калия, 8 см^3 азотной кислоты и 12 см^3 концентрированной серной кислоты. Содержимое колбы перемешивают и нагревают в вытяжном шкафу до полного исчезновения бурых паров окислов азота и появления плотных белых паров. После этого раствор продолжают нагревать 3 мин. Полученный раствор должен быть прозрачным. Если раствор через 30—40 мин после начала сжигания содержит частички обугленных органических веществ, добавляют 3 см^3 азотной кислоты и продолжают нагревать до получения прозрачного раствора.

4.2. Раствор охлаждают, затем осторожно прибавляют 70 см^3 дистиллированной воды и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

4.3. Из полученного раствора отбирают пипеткой 50 см^3, помещают в коническую колбу, прибавляют 5 см^3 раствора трилона Б концентрации 0,05 моль/дм^3 и кипятят 2 мин.

Раствор охлаждают, прибавляют 5—6 капель раствора тропеолина ОО и нейтрализуют из бюретки раствором гидроокиси натрия с массовой долей 10% до перехода красной окраски раствора в желтую. Затем прибавляют 1 г уротропина, 1 см^3 раствора ксиленолового оранжевого. Избыток трилона Б титруют раствором сернокислого цинка концентрации 0,05 моль/дм^3 до перехода темно-желтой окраски раствора в малиново-красную.

(Измененная редакция, Изм. №2).

4.4. При совместном присутствии алюминия и хрома в кожевой ткани содержание алюминия определяют после разделения этих элементов.

4.4.1. Навеску измельченной кожевой ткани массой 1,0—1,5 г взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г, сжигают, как указано в п. 4.1, в присутствии 0,05 г окиси марганца (IV). При сжигании кожевой ткани цвет раствора переходит из коричневого в зеленый, а затем в оранжевый. С момента появления оранжевой окраски раствора, указывающей на окисление трехвалентного хрома в шестивалентный, поддерживают 3 мин тихое кипение и время от времени колбу осторожно встряхивают.

Раствор охлаждают, затем осторожно прибавляют 100 см^3 дистиллированной воды, 5 см^3 соляной кислоты (1:1), тщательно перемешивают и нагревают до полного растворения бурого осадка окиси марганца и получения прозрачного раствора желтого цвета.

4.4.2. К раствору прибавляют 15 см^3 раствора аммиака с массовой долей 28—25%, 1 г хлористого аммония и кипятят 3 мин.

Из горячего раствора алюминий осаждают раствором аммиака 1:1. Аммиак прибавляют постепенно до перехода окраски раствора из желтой в желто-зеленую.

Осадку гидрата окиси алюминия дают осесть на дно колбы и фильтруют через два фильтра в коническую колбу вместимостью 500 см^3. Осадок на фильтре промывают 3—4 раза горячей дистиллированной водой. Фильтрат и промывные воды собирают вместе, раствор может быть использован для определения содержания хрома.

4.4.1, 4.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.4.3. Воронку с фильтром вставляют в колбу, в которой проводилось осаждение алюминия, фильтр развертывают, помещают над воронкой и осадок тщательно смывают в колбу раствором серной кислоты в соотношении 1:3. Раствор нагревают и кипятят до полного растворения осадка.

Раствор охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доводят

объем раствора до метки дистиллированной водой и проводят определение содержания алюминия, как указано в п. 4.3.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю алюминия в кожевой ткани (X) в процентах в пересчете на окись алюминия вычисляют по формуле

$$X = \frac{0{,}002549 \cdot K\,(V_3 - V_4 \cdot a) \cdot 200 \cdot 100}{50\,m},$$

где 0,002549 — масса окиси алюминия, соответствующая 1 см^3 раствора трилона Б концентрации точно 0,05 моль/дм^3, г;

K — поправка к раствору трилона Б концентрации 0,05 моль/дм^3;

V_3 — объем раствора трилона Б концентрации 0,05 моль/дм^3, взятый для анализа, см^3;

V_4 — объем раствора сернокислого цинка концентрации 0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование избытка трилона Б, см^3;

a — относительная концентрация раствора сернокислого цинка по раствору трилона Б, определяемая, как указано в п. 3.8;

m — масса навески кожевой ткани, г.

(Измененная редакция, Изм. №1, 2).

5.2. Результат каждого определения подсчитывают с точностью до второго десятичного знака.

Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 0,10%.

5.3. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений и округляют до первого десятичного знака.

5.4. Пересчет результатов анализа на абсолютно сухое вещество — по ГОСТ 938.1

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН Министерством легкой промышленности СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 25.11.77 № 2757**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 9213—59 в части пп. 1, 2, 3, 4**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 938.1—67	5.4
ГОСТ 1770—74	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1
ГОСТ 3760—79	2.1
ГОСТ 3773—72	2.1
ГОСТ 4174—77	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1
ГОСТ 4328—77	2.1
ГОСТ 4461—77	2.1
ГОСТ 4470—79	2.1
ГОСТ 4523—77	2.1
ГОСТ 6709—72	2.1
ГОСТ 9209—77	1.1, 3.1
ГОСТ 10652—73	2.1
ГОСТ 14919—83	2.1
ГОСТ 18300—87	2.1
ГОСТ 25336—82	2.1

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)**

6. **ИЗДАНИЕ (март 2002 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в августе 1982 г., декабре 1987 г. (ИУС 12—82, 2—88)**

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 05.06.2002. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,52.
Тираж 48 экз. С 6132. Зак. 211.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
e-mail: info@standards.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов

gost.e-ecolog.ru