МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОЖА

Метод определения содержания окиси хрома

Leather. Methods of determination of chrome oxide content

ГОСТ 938.3—77

Взамен ГОСТ 938.3—67

МКС 59.140.30
ОКСТУ 8609

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 18 мая 1977 г. № 1240 дата введения установлена

с 01.07.78

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

Настоящий стандарт распространяется на кожи всех видов и устанавливает метод определения содержания хрома в пересчете на окись хрома.

Сущность метода заключается в окислении трехвалентного хрома в шестивалентный в золе кожи или непосредственно в коже с последующим йодометрическим определением содержания хрома.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Пробу для испытания отбирают по ГОСТ 938.0—75.

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения испытания применяют:

шкаф электрический сушильный с терморегулятором для нагрева до 150 °С;

весы марки ВЛР-200 2-го класса или другие, обеспечивающие аналогичную точность взвешивания по ГОСТ 24104—88*;

плитку электрическую;

тигли фарфоровые по ГОСТ 9147—80;

стаканы стеклянные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 250 $см^3$;

печь муфельную;

воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82;

колбы конические по ГОСТ 25336—82 вместимостью 250, 300, 500 $см^3$;

колбы Кьельдаля по ГОСТ 25336—82 вместимостью 200 $см^3$;

колбу мерную по ГОСТ 1770—74, вместимостью 250 $см^3$;

пипетку по ГОСТ 29169—91, вместимостью 50 $см^3$;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

калий йодистый по ГОСТ 4232—74, раствор с массовой долей 15 %;

натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат 5-водный $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) по ГОСТ 27068—86 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.);

крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор с массовой долей 1 %;

окись магния по ГОСТ 4526—75;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79;

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменениями № 1, 2, утвержденными в марте 1983 г., декабре 1987 г. (ИУС 3—83, 2—88).

gost.e-ecolog.ru

калий углекислый (поташ) по ГОСТ 4221—76;

смесь Эшка по ТУ 6-09-4516—77 или приготовленную следующим образом: одну весовую часть углекислого натрия и одну весовую часть углекислого калия растирают в ступке, смешивают с двумя весовыми частями окиси магния и подсушивают в течение 30 мин в сушильном шкафу при температуре (102 ± 2) °С;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77 и раствор 1:2;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и раствор 1:1;

кислоту хлорную, раствор с массовой долей 40—60 %;

калий хлорнокислый;

йодкрахмальную бумагу, индикатор;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—77, плотностью 1,3 г/см^3;

калий марганцовокислый (1/5 $KMnO_4$) по ГОСТ 20490—75 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Метод сплавления

3.1.1. Навеску кожи массой 1—3 г взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, озоляют по ГОСТ 938.2—67, тщательно смешивают в тигле с 3—4 г смеси Эшка платиновой проволокой или тонкой стеклянной палочкой. Сверху насыпают слой той же смеси. Тигель помещают в холодную муфельную печь и постепенно повышают температуру до 800 °С. Окисление считают законченным, если в тигле сплав стал желтым и отстает от стенок тигля.

Тигель со сплавом охлаждают и помещают в стакан, приливают 100—150 см^3 кипящей дистиллированной воды и нагревают до полного извлечения сплава из тигля и растворения хромата. Тигель вынимают из стакана, ополаскивают дистиллированной водой, воду сливают в тот же стакан. Содержимое стакана фильтруют, фильтрат собирают в коническую колбу вместимостью 500 см^3. Фильтр с осадком промывают горячей дистиллированной водой до получения бесцветных промывных вод. Если на фильтре обнаружены темные частички неокислившейся окиси хрома, фильтр подсушивают, помещают в тигель, сжигают и снова окисляют, но уже с меньшим количеством смеси Эшка. Сплав обрабатывают горячей дистиллированной водой, раствор фильтруют. Фильтр промывают, как указано выше, фильтрат и промывные воды сливают в колбу с первым фильтратом.

Фильтрат, соединенный с промывными водами, осторожно нейтрализуют концентрированной соляной кислотой (или серной кислотой 1:2) до перехода желтого цвета в оранжевый и добавляют еще 5 см^3 кислоты. Раствор в колбе охлаждают до комнатной температуры, приливают 100 см^3 дистиллированной воды и 20 см^3 раствора йодистого калия с массовой долей 15 %. Колбу закрывают пробкой, раствор перемешивают и 10 мин выдерживают в темном месте. После этого раствор снова перемешивают и титруют раствором тиосульфата натрия до светло-зеленого цвета в присутствии приблизительно 5 см^3 раствора крахмала с массовой долей 1 %.

Перед титрованием стенки колбы и пробку обмывают дистиллированной водой, промывные воды собирают в колбу с раствором.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.1.2. Для хромовых кож при массе навески более 2 г раствор сплава фильтруют в мерную колбу вместимостью 250 см^3, охлаждают и доводят дистиллированной водой до метки, отбирают пипеткой 50 см^3, нейтрализуют, как указано выше.

3.1.3. Параллельно при тех же условиях, но без озоленной навески кожи, проводят контрольный опыт.

3.2. Метод окисления хлорной кислотой

3.2.1. Навеску кожи массой 1—2 г взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, озоляют по ГОСТ 938.2—67 и количественно переносят из тигля в термостойкую коническую колбу вместимостью 250—300 см^3, тигель промывают 5 см^3 концентрированной серной кислоты, а затем 10 см^3 хлорной кислоты, которые сливают в колбу с золой. Содержимое колбы кипятят на слабом пламени газовой горелки или на электрической плитке с асбестовой сеткой, при этом зола растворяется, хром окисляется и раствор приобретает оранжевую окраску.

После этого раствор кипятят еще 2 мин, затем охлаждают и осторожно разбавляют дистиллированной водой до 200 см^3. Раствор снова кипятят 7—10 мин до удаления хлора (проба на отсутствие хлора по йодкрахмальной бумаге).

Охлаждают раствор, приливают 20 см^3 раствора йодистого калия с массовой долей 15 % и титруют, как указано в п. 3.1.

3.2.2. Окисление хрома можно производить и без озоления навески кожи.

При этом навеску кожи массой 1—2 г, взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в коническую колбу или колбу Кьельдаля, добавляют 6 г хлорнокислого калия, 8 см^3 азотной кислоты и 12 см^3 концентрированной серной кислоты. Колбу с содержимым нагревают, не допуская бурного разложения навески и преждевременного выпаривания азотной кислоты. Колбу Кьельдаля при разложении навески ставят наклонно. Кипятят образовавшийся раствор до полного исчезновения окислов азота и перехода зеленой окраски в оранжевую. После этого раствор кипятят еще 3 мин, периодически осторожно встряхивая колбу. Если раствор имеет зеленый, бурый цвет или содержит кусочки обугленных органических веществ, снова добавляют 3 см^3 азотной кислоты и нагревают раствор до исчезновения обугленных частиц и появления оранжевой окраски. Охлаждают раствор и количественно переносят его в коническую колбу, ополаскивая колбу Кьельдаля 70—80 см^3 дистиллированной воды. К раствору приливают 10—15 см^3 0,1 н. раствора марганцовокислого калия и кипятят 1 мин. Затем раствор охлаждают, приливают 5 см^3 соляной кислоты (1:1), перемешивают до полного растворения бурого осадка двуокиси марганца и приобретения раствором оранжевого цвета. Приливают в колбу 150 см^3 дистиллированной воды, вносят несколько кусочков фарфора или капилляров и кипятят в течение 15 мин (проба на отсутствие хлора по йодкрахмальной бумаге). Раствор охлаждают и определяют содержание хрома йодометрически.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю окиси хрома (X_x) в процентах вычисляют по формуле

$$X_x = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}00253 \cdot 100}{m},$$

где V — объем 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3;

V_1 — объем 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, израсходованный на контрольный опыт, см^3;

m — масса навески кожи, г;

0,00253 — количество окиси хрома, соответствующее 1 см^3 точно 0,1 н. раствора тиосульфата натрия.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2 %.

Результат определения подсчитывают с точностью до второго десятичного знака. Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

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

gost.e-ecolog.ru