ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53013— 2008

ШКУРКИ МЕХОВЫЕ И ОВЧИНЫ ВЫДЕЛАННЫЕ

Методы определения массовой доли оксида хрома (III)

Издание официальное

БЗ 9—2008/310

Москва
Стандартинформ
2009

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Научно-исследовательский институт меховой промышленности» (ОАО «НИИМП»)

2 ВНЕСЕН Управлением технического регулирования и стандартизации Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 ноября 2008 г. № 324-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2009

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ШКУРКИ МЕХОВЫЕ И ОВЧИНЫ ВЫДЕЛАННЫЕ

Методы определения массовой доли оксида хрома (III)

Dressed fur and sheepskins. Methods of determining the chromium oxide (III) mass fraction

Дата введения — 2009—12—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на выделанные меховые шкурки, овчину и меховые изделия и устанавливает методы определения массовой доли оксида хрома (III).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 52958—2008 Шкурки меховые и овчины выделанные. Правила приемки, методы отбора образцов и подготовка их для контроля

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 938.1—67 Кожа. Метод определения содержания влаги

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4221—76 Реактивы. Калий углекислый. Технические условия

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 4526—75 Реактивы. Магния оксид. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10163—76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 16504—81 Система государственных испытаний продукции. Испытания и контроль качества продукции. Основные термины и определения

ГОСТ 17631—72 Шкурки меховые и овчина шубная выделанные. Метод определения массовой доли золы в кожевой ткани

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

ГОСТ 27068—86 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 29225—91 (ИСО 1775—75) Посуда и оборудование фарфоровые лабораторные. Общие требования и методы испытаний

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим(измененным) стандартом. Если стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют термины по ГОСТ 16504, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **массовая доля:** Отношение массы одного из компонентов системы к сумме масс всех компонентов.

3.2 **промывные воды:** Водный раствор, полученный после отмывания от примесей осадка, содержащего анализируемый компонент.

4 Методы определения массовой доли оксида хрома (III)

4.1 Метод определения массовой доли оксида хрома сплавлением

4.1.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Электропечь муфельная лабораторная типа МП-2УМ или другая с нагревом до 1000 °С.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104.

Бюретка вместимостью 25 $см^3$ по ГОСТ 29251.

Цилиндр мерный вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 29225.

Стакан химический вместимостью 500 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Колба коническая вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Стекла часовые по ГОСТ 25336.

Натрий углекислый по ГОСТ 83, х. ч.

Калий углекислый по ГОСТ 4221, х. ч.

Магния оксид по ГОСТ 4526, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., концентрированная и водный раствор 1:4.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х. ч., водный раствор с массовой долей 10 %.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) по ГОСТ 27068, ч. д. а., водный раствор концентрацией 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н).

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, х. ч., водный раствор с массовой долей 0,5 %.

4.1.2 Подготовка к испытанию

4.1.2.1 Метод отбора проб

Отбор образцов и подготовка их к испытанию проводятся в соответствии с ГОСТ Р 52958.

4.1.2.2 Приготовление смеси для сплавления

Для окисления хрома в золе готовят окислительную смесь следующего состава: одна часть безводного углекислого натрия, одна часть углекислого калия и две части окиси магния. Реактивы смешивают и осторожно растирают в ступке до получения полной однородной массы.

4.1.3 Определение массовой доли оксида хрома методом сплавления

Навеску измельченной кожевой ткани массой 0,5—0,6 г взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г, помещают в тигель и озоляют по ГОСТ 17631. Полученную золу тщательно перемешивают в тигле стеклянной палочкой с окислительной смесью, взятой в количестве, равном массе навески кожевой ткани. Допускается использовать золу, полученную при определении содержания золы по ГОСТ 17631.

Тигель ставят в слабо нагретую муфельную печь и температуру печи постепенно повышают до 800 °С. Содержимое тигля сплавляют 4—8 ч до приобретения желтого цвета.

По окончании сплавления тигель со сплавом охлаждают, помещают в химический стакан, обрабатывают 100—150 см^3 горячей дистиллированной водой и нагревают до полного растворения сплава.

Раствор фильтруют в плоскодонную колбу вместимостью 500 см^3. Стакан, тигель и фильтр хорошо промывают горячей дистиллированной водой и промывные воды присоединяют к фильтрату. Раствор охлаждают до комнатной температуры.

Если на фильтре будут обнаружены темные частицы, указывающие на неполное окисление хрома, то фильтр подсушивают, помещают в тигель, сжигают, добавляют окислительную смесь, сплавляют и растворяют сплав.

Окислительной смеси в этом случае берут 0,2—0,3 г. Полученный раствор фильтруют, присоединяют к первому фильтрату и охлаждают до комнатной температуры.

Для перевода хромата в бихромат прибавляют концентрированную серную кислоту до тех пор, пока цвет раствора из желтого не перейдет в оранжевый, после чего прибавляют еще 20 см^3 серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:4.

К полученному раствору прибавляют 20 см^3 раствора йодистого калия с массовой долей 10 %. Колбу с содержимым закрывают часовым стеклом и выдерживают в темноте 5—7 мин, затем взбалтывают и титруют 0,1 н. раствором тиосульфата натрия до тех пор, пока цвет раствора не станет слабо-желтым. Затем прибавляют 5 см^3 раствора крахмала с массовой долей 0,5 % и продолжают титровать до исчезновения синего цвета раствора.

Для проверки применяемых реактивов на чистоту ставят контрольный опыт. Смешивают такие же объемы серной кислоты и йодистого калия, которые расходуются на проведение анализа, и прибавляют 5 см^3 раствора крахмала с массовой долей 0,5 %. Окрашивание раствора в синий цвет показывает, что реактивы недостаточно чисты. В этом случае определяют количество 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, необходимое для реакции с выделившимся в контрольном опыте йодом.

4.2 Определение массовой доли оксида хрома методом окисления хлорной кислотой

4.2.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104.

Бюретка вместимостью 25 см^3 по ГОСТ 29251.

Колба коническая вместимостью 500 см^3 по ГОСТ 25336.

Воронка стеклянная по ГОСТ 25366.

Цилиндр мерный вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 1770.

Кислота хлорная, водный раствор с массовой долей хлорной кислоты 40 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., концентрированная и водный раствор 1:4.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч., концентрированная.

Бумага йодкрахмальная по ГОСТ 4517.

4.2.2 Подготовка к испытанию

4.2.2.1 Метод отбора проб

Отбор образцов и подготовка к испытанию проводятся в соответствии с ГОСТ Р 52958.

4.2.2.2 Приготовление окислительной смеси

Для сжигания навески без озоления готовят смесь кислот следующего состава: 100 см^3 40 %-ной хлорной кислоты и 35 см^3 концентрированной серной кислоты.

4.2.2.3 Определение массовой доли оксида хрома методом окисления

Навеску измельченной кожевой ткани массой 0,5—0,6 г взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г, помещают в колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 10 см^3 азотной кислоты и 20 см^3 смеси кислот, приготовленной как указано в 4.2.2.2 или 5 г хлорнокислого калия, 10 см^3 азотной кислоты и 10 см^3 концентрированной серной кислоты. Допускается использовать навеску кожевой ткани после определения в ней влаги.

Содержимое колбы перемешивают и нагревают на электрической плитке в вытяжном шкафу. Вначале поддерживают слабое кипение, затем нагревание усиливают и продолжают его до полного исчезновения бурых паров окислов азота и перехода зеленого цвета раствора в оранжевый.

С момента появления оранжевого цвета раствора, указывающего на окисление трехвалентного хрома в шестивалентный, поддерживают кипение еще 2—3 мин. Полученный раствор после окисления должен быть оранжевого цвета. Раствор охлаждают и переносят в коническую колбу вместимостью

500 см^3. Колбу, в которой проводилось сжигание, промывают 100 см^3 дистиллированной воды и промывные воды присоединяют к раствору.

В горлышко колбы вставляют воронку и отгоняют хлор кипячением в течение 3 мин до исчезновения синей окраски при пробе на йодкрахмальную бумагу.

Раствор охлаждают, прибавляют 10 см^3 серной кислоты, разбавленной в отношении 1:4, или соляной кислоты, разбавленной в отношении 1:1, добавляют йодистый калий и определяют содержание хрома в соответствии с 4.1.3.

4.3 Фотоколориметрический метод

4.3.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Колориметр фотоэлектрический или спектрофотометр.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104.

Колбы круглые плоскодонные вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336.

Воронка стеклянная по ГОСТ 25366.

Бюретка вместимостью 25 см^3 по ГОСТ 29251.

Цилиндр мерный вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 1770.

Кислота хлорная, водный раствор с массовой долей хлорной кислоты 40 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., концентрированная и водный раствор 1:4.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч., концентрированная.

Кислота щавелевая, раствор с массовой долей 4,5 %.

Перекись водорода по ГОСТ 177.

Колбы мерные вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, раствор концентрацией 0,1 н.

Гольевой порошок нехромированный или кожевая ткань недубленая.

4.3.2 Определение массовой доли оксида хрома фотоколориметрическим методом

Для приготовления стандартных растворов в круглые плоскодонные колбы вместимостью 250 см^3 отмеряют последовательно из бюретки 2,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0; 30,0 и 35,0 см^3 точно 0,1 н. раствора двухромовокислого калия.

В каждую колбу прибавляют по 25 см^3 раствора щавелевой кислоты с массовой долей 4,5 % и по 1/10 части раствора недубленой кожевой ткани или нехромированного гольевого порошка. Раствор готовят из 20 г недубленой кожевой ткани или нехромированного гольевого порошка, к которым прибавляют 300 см^3 перекиси водорода или 160 см^3 азотной кислоты и 400 см^3 смеси кислот, приготовленной, как указано в п. 4.2.2.2, осторожно нагревают при взбалтывании до растворения. Раствор, приготовленный с перекисью водорода, фильтруют. Содержимое колб кипятят в течение 4—5 мин, переносят в мерные колбы вместимостью 250 см^3, колбы дважды промывают и промывные воды присоединяют к соответствующим растворам в мерных колбах. Растворы охлаждают, доводят дистиллированной водой до метки и хорошо перемешивают. Растворы должны быть прозрачными. Измеряют оптическую плотность серии стандартных растворов. Настройку прибора и измерение оптической плотности проводят с контрольным раствором, при этом используют нейтральный светофильтр № 0 и кювету с рабочим слоем толщиной 30 мм. Контрольный раствор готовят одновременно и аналогично стандартным растворам, но без добавления раствора двухромовокислого калия или берут 2,9 г недубленой кожевой ткани или нехромированного гольевого порошка, прибавляют 40 см^3 перекиси водорода или 8 см^3 азотной кислоты и 20 см^3 смеси кислот, приготовленной, как указано в 4.2.2.2. Раствор нагревают до растворения. Прибавляют 65 см^3 раствора щавелевой кислоты с массовой долей 4,5 % и кипятят в течение 4—5 мин. Затем раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и доводят дистиллированной водой до метки. По данным измерения оптической плотности стандартных растворов строят градуировочную кривую, откладывая по оси ординат показания прибора, по оси абсцисс — концентрацию окиси хрома в граммах на литр.

Навеску измельченной кожевой ткани массой около 1 г взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г, помещают в круглую плоскодонную колбу вместимостью 250 см^3. Прибавляют 15—20 см^3 перекиси водорода или 8 см^3 азотной кислоты и 20 см^3 смеси кислот, приготовленной, как указано в 4.2.2.2, осторожно при взбалтывании нагревают до полного растворения. К раствору прибавляют 25 см^3 4,5 %-ного раствора щавелевой кислоты и кипятят в течение 4—5 мин. Содержимое колбы охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Колбу дважды промывают дистиллированной водой и промывные воды присоединяют к раствору в мерной колбе.

Раствор доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают, фильтруют через складчатый фильтр в сухую колбу и измеряют оптическую плотность.

По градуировочной кривой находят концентрацию оксида хрома в граммах на литр.

5 Обработка результатов

Массовую долю оксида хрома X, %, (метод сплавления и метод окисления) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{V \cdot k \cdot 0{,}00253 \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где V — объем раствора тиосульфата натрия концентрации 0,1 н. израсходованный на титрование за вычетом объема тиосульфата натрия, израсходованного при определении чистоты реактивов (п. 4.1.3.), см^3;

k — поправка к раствору тиосульфата натрия концентрации 0,1 н.;

0,00253 — масса оксида хрома, соответствующая 1 см^3 раствора тиосульфата натрия концентрацией точно 0,1 н., г;

m — масса навески кожевой ткани, г.

При определении оксида хрома фотоколориметрическим методом массовую долю хрома в пересчете на оксид хрома X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{a \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 1000}, \quad (2)$$

где a — значение концентрации оксида хрома на градуировочной кривой, г/л;

m — масса навески кожевой ткани, г.

Результаты каждого определения подсчитывают с точностью до второго десятичного знака. Допустимые расхождения между результатами двух параллельных определений, %, не должны превышать значений приведенных в таблице 1.

Таблица 1

Массовая доля оксида хрома, %	Допустимые отклонения, %
До 2,0	0,1
Св. 2,0	0,2

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений и округляют до первого десятичного знака.

Пересчет результата на абсолютно сухую массу проводится умножением полученного значения на коэффициент K

$$K = \frac{100}{100 - W}, \quad (3)$$

где K — коэффициент для перевода результата на абсолютно сухую массу;

W — массовая доля влаги в анализируемом образце, %.

УДК 681.1:675.621:006.354 ОКС 59.140.30 М23

Ключевые слова: кожевая ткань, фильтрат, навеска, массовая доля, оксид хрома, индикатор, переход окраски, окислительная смесь, метод сплавления, метод окисления, муфельная печь, зола, тигель

Редактор *О.А. Стояновская*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 18.12.2008. Подписано в печать 20.01.2009. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,65. Тираж 131 экз. Зак. 12.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru
›@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru