ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53014— 2008

ШКУРКИ МЕХОВЫЕ И ОВЧИНЫ

Методы определения массовой доли алюминия

Издание официальное

БЗ 9—2008/308

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. № 325-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

Методы определения массовой доли алюминия

Dressed fur and sheepskins.
Methods of determining the aluminium mass fraction

Дата введения — 2009—12—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на выделанные меховые шкурки, овчину, меховые изделия, невыделанные овчины кислотно-солевого консервирования и устанавливает методы определения массовой доли алюминия в кожевой ткани.

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 938.1—67 Кожа. Метод определения содержания влаги

ГОСТ 1381—73 Уротропин технический. Технические условия

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

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773—72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4174—77 Реактивы. Цинк сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4234—77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4523—77 Реактивы. Магний сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин -N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б). 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 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

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

Издание официальное

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 применены 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 **фильтрат:** Жидкость, очищенная от твердых частиц после прохода через пористую перегородку.

4 Методы определения массовой доли алюминия

4.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104.

Колбы конические вместимостью 250 см^3 и 500 см^3 по ГОСТ 25336.

Колбы мерные вместимостью 200 см^3 и 1000 см^3 по ГОСТ 1770.

Цилиндр измерительный вместимостью 10 см^3 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные вместимостью 5, 10, 25 и 50 см^3 по ГОСТ 29227.

Бюретка вместимостью 10 и 50 см^3 по ГОСТ 23251.

Воронка стеклянная по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор массовой долей аммиака 25 % и раствор 1:1.

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

Кислота серная концентрированная по ГОСТ 4204 и раствор 1:3.

Кислота хлорная, раствор массовой долей хлорной кислоты 40 %.

Калий хлорнокислый х.ч.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, х.ч.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Соль динатриевая этилендиамин -N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, х.ч., водный раствор концентрации 0,05 моль/дм^3 (0,05 М).

Цинк сернокислый 7-водный по ГОСТ 4174, х.ч. раствор концентрацией 0,05 моль/дм^3 (0,05 М).

Магний сернокислый по ГОСТ 4523, х.ч. раствор концентрацией 0,05 моль/дм^3 (0,05 М).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч. водный раствор массовой долей 10 %.

Уротропин фармакопейный сухой, х.ч.

Кислотный хромовый темно-синий, раствор массовой долей 0,5 % в аммиачном буферном растворе.

Ксиленоловый оранжевый, водно-спиртовой раствор массовой долей 0,2 %.

Тропеолин ОО, водный раствор массовой долей 0,1 %.

Бумага индикаторная универсальная.

4.2 Подготовка к испытанию

4.2.1 Метод отбора проб

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

4.2.2 Приготовление растворов для анализа

4.2.2.1 Аммиачный буферный раствор готовят следующим образом: 10 г хлористого аммония растворяют в дистиллированной воде, прибавляют 50 см^3 раствора аммиака массовой долей 25 % и доводят объем раствора до 500 см^3 дистиллированной водой.

4.2.2.2 Раствор кислотного хромового темно-синего массовой долей 0,5 % готовят следующим образом: 0,5 г кислотного темно-синего индикатора растворяют в 10—20 см^3 аммиачного буферного раствора и доводят объем раствора до 100 см^3 этиловым спиртом.

4.2.2.3 Раствор ксиленолового оранжевого 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.

4.2.2.4 Раствор тропеолина ОО массовой долей 0,1 % готовят следующим образом: 0,1 г тропеолина ОО растворяют в 50 см³ дистиллированной воды и доводят объем раствора до 100 см³ дистиллированной водой.

4.2.2.5 Растворы сернокислого магния концентрацией 0,05 моль/дм³ готовят из фиксанала (0,1 н.). При отсутствии фиксанала для приготовления раствора отвешивают 12,3250 г магния сернокислого 7-водного и растворяют в 1 дм³ дистиллированной воды (0,05 М раствор). При расчетах учитывают поправку приведения раствора сернокислого магния к точно 0,05 М.

4.2.2.6 Раствор сернокислого цинка концентрацией 0,05 моль/дм³ готовят следующим образом: 14,38 г сернокислого цинка 7-водного растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до 1 дм³ дистиллированной водой.

При неполном растворении сернокислого цинка раствор фильтруют.

4.2.2.7 Раствор трилона Б концентрацией 0,05 моль/дм³ готовят следующим образом: 18,62 г трилона Б растворяют в 100—500 см³ горячей кипяченой дистиллированной воды. После охлаждения доводят объем раствора холодной кипяченой дистиллированной водой до 1 дм³.

Раствор трилона Б хранят в полиэтиленовых или парафинированных изнутри стеклянных сосудах. Поправку для приведения концентрации трилона Б к точно 0,05 моль/дм³ устанавливают следующим образом: к 50 см³ 0,05 моль/дм³ раствора сернокислого магния 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 трилоном Б до перехода винно-красной окраски раствора в синюю.

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

$$k = \frac{5,00}{V}, \qquad (1)$$

где V — объем раствора трилона Б концентрацией 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование 5,00 см³ 0,05 М раствора сернокислого магния, см³.

4.2.2.8 Относительную концентрацию раствора сернокислого цинка по раствору трилона Б определяют следующим образом: 10,00 см³ раствора трилона Б концентрацией 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 концентрацией 0,05 моль/дм³ до перехода желтой окраски в малиново-красную.

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

$$a = \frac{V_1}{V_2}, \qquad (2)$$

где V_1 — объем раствора трилона Б концентрацией 0,05 моль/дм³, см³;

V_2 — объем раствора сернокислого цинка концентрацией 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³.

4.2.2.9 Окислительную смесь для сжигания кожевой ткани готовят следующим образом: к 100 см³ раствора хлорной кислоты массовой долей 40 % приливают 35 см³ концентрированной серной кислоты и охлаждают.

4.3 Проведение испытания

4.3.1 Определение массовой доли алюминия в отсутствие в кожевой ткани соединений хрома

Навеску измельченной кожевой ткани массой 0,5—0,6 г взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г, помещают в плоскодонную колбу вместимостью 250 см³ , прибавляют 20 см³ окислительной смеси, 10 см³ азотной кислоты или 6,0—6,5 г хлорнокислого калия, 10 см³ азотной кислоты и 12 см³ 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 см³ азотной кислоты и

продолжают нагревать до получения прозрачного раствора. Раствор охлаждают, затем осторожно прибавляют 70 см³ дистиллированной воды и количественно (без потерь) переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

Из полученного раствора отбирают пипеткой 50,00 см³, помещают в коническую колбу, прибавляют 5,00 см³ 0,05 М раствора трилона Б и кипятят 2 мин. Раствор охлаждают, прибавляют 5—6 капель раствора тропеолина ОО и нейтрализуют из бюретки раствором гидроокиси натрия массовой долей 10 % до перехода красной окраски в желтую. Затем добавляют 1 г уротропина, 1 см³ раствора ксиленолового оранжевого. Избыток трилона Б титруют раствором сернокислого цинка концентрацией 0,05 моль/дм³ до перехода темно-желтой окраски раствора в малиново-красную.

4.3.2 Определение массовой доли алюминия при совместном присутствии алюминия и хрома в кожевой ткани

Навеску измельченной кожевой ткани массой 0,5—0,6 г взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г, сжигают, как указано в 4.3.1. 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 см³ дистиллированной воды, 15 см³ раствора аммиака массовой долей 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 см³. Осадок на фильтре промывают 3—4 раза горячей водой. Фильтрат и промывные воды собирают вместе, т.к. раствор может быть использован для определения содержания хрома.

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 и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и проводят определение содержания алюминия, как указано в 4.3.1.

4.4 Обработка результатов

Массовую долю алюминия в кожевой ткани X, %, в пересчете на окись алюминия вычисляют по формуле

$$X = \frac{0,002549 \cdot k (V_3 - V_4 \cdot a) \cdot 200 \cdot 100}{50m}, \quad (3)$$

где 0,002549 — количество окиси алюминия, соответствующее 1 см³ раствора трилона Б концентрацией точно 0,005 моль/дм³, г;

k — поправка к раствору трилона Б концентрацией 0,05 моль/дм³;

V_3 — объем раствора трилона Б концентрацией 0,05 моль/дм³, взятый для анализа, см³;

V_4 — объем раствора сернокислого цинка концентрацией 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование избытка трилона Б, см³;

a — относительная концентрация раствора сернокислого цинка по раствору трилона Б, определяемая, как указано в 4.2.2.8;

m — масса навески кожевой ткани, г.

Результат каждого определения подсчитывают с точностью до второго десятичного знака. Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 0,1 %.

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

Пересчет результата на абсолютно сухую массу проводится умножением на коэффициент для перевода результата на абсолютно сухую массу K, вычисляемый по формуле

$$K = \frac{100}{100 - W}, \quad (4)$$

где W — массовая доля содержания влаги в анализируемом образце, %.

УДК 681.1:675.621:006.354 ОКС 59.140.30 М23

Ключевые слова: кожевая ткань, фильтрат, навеска, буферный раствор, массовая доля, алюминий, индикатор, переход окраски, окислительная смесь

Редактор *О.А. Стояновская*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 12.01.2009. Подписано в печать 23.01.2009. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 118 экз. Зак. 18.

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

gost.e-ecolog.ru