ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54591— 2011

КОЖА И МЕХ

Метод определения содержания хрома (VI)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

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 «Центральный научно-исследовательский институт кожевенно-обувной промышленности» (ОАО «ЦНИИКП»)

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 6 декабря 2011 г. № 715-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «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, 2012

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Основные принципы 2
5 Реактивы 2
6 Аппаратура 2
7 Подготовка к проведению анализа 2
7.1 Отбор и подготовка образцов кож и меха 2
7.2 Приготовление стандартного раствора калия двухромовокислого 2
7.3 Приготовление рабочего раствора калия двухромовокислого для градуировочного графика . 2
7.4 Приготовление раствора серной кислоты 1:1 2
7.5 Приготовление раствора 1,5-дифенилкарбазида 2
7.6 Построение градуировочного графика 3
8 Проведение анализа 3
8.1 Проведение экстрагирования хрома (VI) из образцов кожи и меха 3
8.2 Определение содержания хрома (VI) в растворе, полученном после экстрагирования 3
9 Обработка результатов 3
10 Протокол испытаний 4

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОЖА И МЕХ

Метод определения содержания хрома (VI)

Leather and fur. Method of chromium (VI) content determination

Дата введения — 2013—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кожу, мех, изделия из кожи и меха и устанавливает метод определения содержания в них водовымываемого хрома (VI).

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 Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 938.0—75 Кожа. Правила приемки. Методы отбора проб

ГОСТ 938.1—67 Кожа. Метод определения содержания влаги

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) 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 6552—80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13646—68 Термометры стеклянные ртутные для точных измерений. Технические условия

ГОСТ 23932—90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

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

ГОСТ 29227—91 (ИСО 8351—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. 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 документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный документ 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 применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **содержание водовымываемого хрома (VI):** Количество хрома (VI) в коже и мехе, определенное фотометрическим методом после экстрагирования дистиллированной водой.

Примечание — Содержание водовымываемого хрома (VI) выражают в миллиграммах на грамм (мг/г) кожи или меха в пересчете на абсолютно сухое вещество.

Издание официальное

4 Основные принципы

Водовымываемый хром (VI) извлекают из образцов кожи и меха дистиллированной водой.

Хром (VI) в экстракте образует с 1,5-дифенилкарбазидом соединение красно-фиолетового цвета, которое может быть количественно определено фотометрическим методом при 540 нм.

5 Реактивы

5.1 Кислота серная концентрированная по ГОСТ 4204, х. ч.
5.2 Кислота серная концентрированная по ГОСТ 4204, растворы 1:1.
5.3 Кислота ортофосфорная концентрированная по ГОСТ 6552, х. ч.
5.4 Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, х. ч.
5.5 1,5-дифенилкарбазид, ч. д. а.
5.6 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6 Аппаратура

6.1 Колба коническая с притертой пробкой вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.
6.2 Колбы мерные вместимостью 100 $см^3$, 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770.
6.3 Пипетки различных вместимостей по ГОСТ 29277.
6.4 Фотоколориметр или спектрофотометр, имеющий длину волны 540 нм.
6.5 Фотометрическая кювета толщиной рабочего слоя 3,0 см по ГОСТ 20903.
6.6 Весы лабораторные аналитические по ГОСТ 53228.
6.7 Фильтр по ГОСТ 25336, класса ПОР 1.
6.8 Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

7 Подготовка к проведению анализа

7.1 Отбор и подготовка образцов кож и меха

7.1.1 Отбор и подготовка образцов кож к анализу — по ГОСТ 938.0.

7.1.2 Отбор и подготовка образцов меха к анализу — по ГОСТ Р 52958.

7.1.3 Если отбор образцов в соответствии с ГОСТ 938.0 и ГОСТ Р 52958 не представляется возможным (например, образцы от готовых изделий — кожи от обуви, одежды, головных уборов, кожгалантерейных и шорно-седельных изделий; меха от меховой одежды и меховых изделий), подробности отбора образцов должны быть отражены в протоколе испытаний.

7.2 Приготовление стандартного раствора калия двухромовокислого

2,8285 г калия двухромовокислого, высушенного при температуре 105 °С, растворяют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой. 1 $см^3$ этого раствора содержит 1 мг хрома (VI). Раствор хранят длительное время в посуде из темного стекла.

7.3 Приготовление рабочего раствора калия двухромовокислого для градуировочного графика

10,0 $см^3$ стандартного раствора калия двухромовокислого вносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доводят объем до метки дистиллированной водой. 1 $см^3$ этого раствора содержит 0,01 мг хрома (VI). Раствор готовят в день построения градуировочного графика.

7.4 Приготовление раствора серной кислоты 1:1

50 $см^3$ дистиллированной воды вносят пипеткой в фарфоровый стакан вместимостью 200 $см^3$ и добавляют 50 $см^3$ кислоты серной концентрированной (5.1).

Раствор перемешивают и выдерживают 30 мин до охлаждения. Раствор следует хранить в плотно закрытой стеклянной посуде темно-коричневого цвета при температуре от 5 °С до 20 °С.

7.5 Приготовление раствора 1,5-дифенилкарбазида

0,5 г 1,5-дифенилкарбазида растворяют в 100 $см^3$ ацетона с добавлением 2 $см^3$ раствора серной кислоты 1:1. Раствор следует хранить в плотно закрытой стеклянной посуде темно-коричневого цвета при температуре от 5 °С до 8 °С не более пяти суток. Критерием непригодности раствора является появление розовой окраски.

7.6 Построение градуировочного графика

Растворы для построения градуировочного графика готовят из рабочего раствора (7.3).

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой 0,5, 1,0, 1,5, 2,0, 2,5, 3,0, 3,5, 4,0, 4,5, 5,0 см^3 рабочего раствора (V_1), пипеткой добавляют в каждую колбу 1,0 см^3 раствора серной кислоты 1:1 (7.4), 0,3 см^3 ортофосфорной кислоты (5.3), 2,0 см^3 раствора 1,5-дифенилкарбазида (7.5), доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают. Через 5 мин измеряют оптическую плотность растворов на спектрофотометре (6.4) при 540 нм в кювете (6.5) толщиной рабочего слоя 3,0 см.

В качестве контрольного раствора сравнения применяют раствор, содержащий дистиллированную воду с добавлением всех реагентов, кроме раствора калия двухромовокислого (7.3). В мерную колбу вместимостью 100 см^3, на 2/3 заполненную дистиллированной водой, пипеткой добавляют 1,0 см^3 раствора серной кислоты 1:1 (7.4), 0,3 см^3 ортофосфорной кислоты (5.3), 2,0 см^3 раствора 1,5-дифенилкарбазида (7.5), доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Концентрацию хрома (VI) C_{Cr}, мг/см^3, в рабочих растворах, используемых для фотометрирования, определяют по формуле

$$C_{Cr} = \frac{C_1 V_1}{V_2},$$

где C_1 — концентрация хрома (VI) в рабочем растворе (7.3), мг/см^3;

V_1 — объем пробы рабочего раствора (7.3), взятый для определения, см^3;

V_2 — вместимость мерной колбы, в которую перенесен рабочий раствор (7.3), см^3.

По результатам измерений строят градуировочный график, откладывая на оси X содержание хрома (VI) в мг/см^3, а на оси Y — оптическую плотность растворов.

8 Проведение анализа

8.1 Проведение экстрагирования хрома (VI) из образцов кожи и меха

Навеску кожи или меха (2,00 ± 0,01) г, подготовленную к анализу (7.1), взвешивают с точностью до 0,001 г и помещают в сухую коническую колбу вместимостью 250 см^3. В колбу пипеткой добавляют 100 см^3 дистиллированной воды, закрывают пробкой, тщательно перемешивают так, чтобы измельченные образцы кожи или меха не приставали к стенкам колбы, и выдерживают при температуре (20 ± 3) °С в течение 18 ч при периодическом помешивании. Водную вытяжку после перемешивания фильтруют через фильтр (6.7) в сухую колбу с притертой пробкой.

8.2 Определение содержания хрома (VI) в растворе, полученном после экстрагирования

Из раствора, полученного после экстрагирования (8.1), пипеткой отбирают 50,0 см^3 фильтрата (V_1) и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 (V_2).

Добавляют пипеткой 1,0 см^3 раствора серной кислоты 1:1 (7.4), 0,3 см^3 ортофосфорной кислоты (5.3), 2,0 см^3 раствора 1,5-дифенилкарбазида (7.5). Содержимое колбы доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают и через 5 мин измеряют на спектрофотометре оптическую плотность раствора при 540 нм в кювете (6.5) толщиной рабочего слоя 3,0 см.

По значению оптической плотности в соответствии с градуировочным графиком определяют содержание хрома (VI) C_{Cr}.

Если концентрация хрома (VI) не соответствует градуировочному графику, повторяют определение в уменьшенном объеме фильтрата (8.1).

В качестве контрольного раствора сравнения применяют раствор, приготовленный по 8.1, с использованием такого же объема фильтрата (V_1) и добавлением всех реактивов, кроме раствора 1,5-дифенилкарбазида.

9 Обработка результатов

Содержание водовымываемого хрома (VI) в коже или мехе X, мг/г, определяют по формуле

$$X = \frac{V C_{Cr} V_2}{V_1 m_{нав}},$$

где V — объем дистиллированной воды, взятый для экстрагирования хрома (VI) из образцов кожи или меха, см^3;

V_1 — объем раствора после экстрагирования (водной вытяжки), взятый для определения, см^3;

V_2 — вместимость мерной колбы с экстрактом хрома (VI), см^3;

C_{Cr} — концентрация хрома (VI), найденная по градуировочному графику, мг/см^3;

$m_{нав}$ — масса навески кожи или меха, г.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, вычисленное до четвертого десятичного знака. Погрешность не превышает ± 10 % относительных при доверительной вероятности P = 0,95.

Содержание водовымываемого хрома (VI) в коже или мехе пересчитывают на абсолютно сухое вещество

$$X_{абс.сух} = XD,$$

где D — коэффициент пересчета результата испытаний на абсолютно сухое вещество.

$$D = \frac{100}{100 - W},$$

где W — массовая доля влаги образца кожи (меха), определяемая по ГОСТ 938.1, %.

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- содержание водовымываемого хрома (VI), полученное по разделу 9;
- ссылку на настоящий стандарт;
- описание испытуемого образца и деталей проведения отбора образцов кожи и меха (7.1) (при необходимости);
- используемую толщину рабочего слоя кюветы, если она не равна 3,0 см;
- результаты, выраженные в миллиграммах на грамм (мг/г) с точностью до 0,0001 мг/г;
- любые отклонения от требований настоящего стандарта.

УДК 681.1:675.621:006.354 ОКС 59.140.30 М19

Ключевые слова: кожа, мех, метод, содержание хрома (VI), экстрагирование, градуировочный график

Редактор *О.А. Стояновская*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 26.09.2012. Подписано в печать 24.10.2012. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,58. Тираж 114 экз. Зак. 926.

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