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 см^3 дистиллированной воды и доводят объем раствора до 100 см^3 спиртом.

4.2.2.4 Раствор тропеолина ОО массовой долей 0,1 % готовят следующим образом: 0,1 г тропеолина ОО растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды и доводят объем раствора до 100 см^3 дистиллированной водой.

4.2.2.5 Растворы сернокислого магния концентрацией 0,05 моль/дм^3 готовят из фиксанала (0,1 н.). При отсутствии фиксанала для приготовления раствора отвешивают 12,3250 г магния сернокислого 7-водного и растворяют в 1 дм^3 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/дм^3 готовят следующим образом: 14,38 г сернокислого цинка 7-водного растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до 1 дм^3 дистиллированной водой.

При неполном растворении сернокислого цинка раствор фильтруют.

4.2.2.7 Раствор трилона Б концентрацией 0,05 моль/дм^3 готовят следующим образом: 18,62 г трилона Б растворяют в 100—500 см^3 горячей кипяченой дистиллированной воды. После охлаждения доводят объем раствора холодной кипяченой дистиллированной водой до 1 дм^3.

Раствор трилона Б хранят в полиэтиленовых или парафинированных изнутри стеклянных сосудах. Поправку для приведения концентрации трилона Б к точно 0,05 моль/дм^3 устанавливают следующим образом: к 50 см^3 0,05 моль/дм^3 раствора сернокислого магния прибавляют 5 см^3 свежеприготовленного аммиачного буферного раствора, 5—7 капель раствора кислотного хромового темно-синего и 50 см^3 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/дм^3 вычисляют по формуле

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

где V — объем раствора трилона Б концентрацией 0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование 5,00 см^3 0,05 М раствора сернокислого магния, см^3.

4.2.2.8 Относительную концентрацию раствора сернокислого цинка по раствору трилона Б определяют следующим образом: 10,00 см^3 раствора трилона Б концентрацией 0,05 моль/дм^3 помещают в колбу для титрования, прибавляют 40 см^3 дистиллированной воды и нагревают до кипения. К горячему раствору прибавляют 1 см^3 раствора ксиленолового оранжевого, уротропин (до pH = 5,5) и титруют раствором сернокислого цинка концентрацией 0,05 моль/дм^3 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/дм^3, см^3;

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

4.2.2.9 Окислительную смесь для сжигания кожевой ткани готовят следующим образом: к 100 см^3 раствора хлорной кислоты массовой долей 40 % приливают 35 см^3 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 см^3 , прибавляют 20 см^3 окислительной смеси, 10 см^3 азотной кислоты или 6,0—6,5 г хлорнокислого калия, 10 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. Раствор охлаждают, затем осторожно прибавляют 70 см^3 дистиллированной воды и количественно (без потерь) переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

Из полученного раствора отбирают пипеткой 50,00 см^3, помещают в коническую колбу, прибавляют 5,00 см^3 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 см^3 раствора ксиленолового оранжевого. Избыток трилона Б титруют раствором сернокислого цинка концентрацией 0,05 моль/дм^3 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 см^3 дистиллированной воды, 15 см^3 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 см^3. 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 см^3, 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 см^3 раствора трилона Б концентрацией точно 0,005 моль/дм^3, г;

k — поправка к раствору трилона Б концентрацией 0,05 моль/дм^3;

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

V_4 — объем раствора сернокислого цинка концентрацией 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 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