ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Меха и меховые изделия

ВРЕДНЫЕ ВЕЩЕСТВА

Методы обнаружения и определения содержания свободного формальдегида и водовымываемых хрома (VI) и хрома общего

Издание официальное

БЗ 7—2000/199

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН ОАО «Научно исследовательский институт меховой промышленности» (ОАО «НИИМП»)

ВНЕСЕН Госстандартом России и Техническим комитетом по стандартизации ТК 410 «Меха и меховые изделия»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 20 сентября 2001 г. № 390-ст

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2001

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Меха и меховые изделия

ВРЕДНЫЕ ВЕЩЕСТВА

Методы обнаружения и определения содержания свободного формальдегида и водовымываемых хрома (VI) и хрома общего

Furs and fur products. Harmful substances. Methods of detection and determination of free formaldehyde and water wash-out chromium (VI) and common chromium content

Дата введения 2003—08—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на меха и меховые изделия и устанавливает методы обнаружения и определения содержания свободного формальдегида и водовымываемых хрома (VI) и хрома общего.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1625—89 Формалин технический. Технические условия

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

ГОСТ 4159—79 Йод. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220—75 Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5541—76 Средства укупорочные корковые. Технические условия

ГОСТ 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 5830—79 Спирт изоамиловый. Технические условия

ГОСТ 6552—80 Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6672—75 Стекла покровные для микропрепаратов. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8074—82 Микроскопы инструментальные. Типы, основные параметры и размеры. Технические требования

ГОСТ 9209—77 Шкурки меховые и овчина шубная выделанные. Правила приемки, методы отбора образцов и подготовка их для контроля

ГОСТ 9245—79 Потенциометры постоянного тока измерительные. Общие технические условия

ГОСТ 9284—75 Стекла предметные для микропрепаратов. Технические условия

ГОСТ 10163—76 Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия

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

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

ГОСТ 22409—77 Пластинки поляриметрические. Технические требования

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

Издание официальное

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

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

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

3 Методы обнаружения и определения содержания свободного формальдегида и водовымываемых хрома (VI) и хрома общего в кожевой ткани и волосяном покрове меховых шкурок и изделий из них

3.1 Качественная реакция на формальдегид

Метод основан на образовании в кислой среде соединения формальдегида с хромотроповой кислотой, окрашенного в фиолетовый цвет.

3.1.1 Метод отбора проб

Измельченную кожевую ткань или волос закладывают для кондиционирования в колбу с пробкой и выдерживают сутки при комнатной температуре. Из отобранных образцов берут пробу массой 0,05—0,1 г.

3.1.2 Аппаратура, материалы и реактивы

Баня водяная по нормативному документу.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

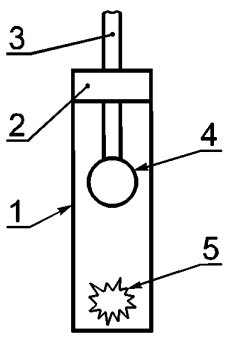
Кислота серная концентрированная по ГОСТ 4204, химически чистая (х. ч.).

Соль динатриевая хромотроповой кислоты [1], чистая для анализа (ч. д. а.).

Пробка по ГОСТ 13646.

Пробирка стеклянная по ГОСТ 1770.

3.1.3 Проведение испытания



1 — реакционная пробирка; *2* — пробка; *3* — стеклянная палочка; *4* — реагент на стеклянном шарике; *5* — измельченный образец кожевой ткани или волоса

Рисунок 1 — Прибор для обнаружения свободного формальдегида

0,05—0,10 г тонко измельченной кожевой ткани или волоса помещают в реакционную пробирку или микроколбу вместимостью не более 5 см^3 (рисунок 1). Сосуд закрывают пробкой, через которую проходит стеклянная палочка с шариком на конце. На шарик предварительно аккуратно наносится капля реагента. Реакционный сосуд на $^2/_3$ опускают в водяную баню и выдерживают при температуре 60—65 °С в течение 30 мин.

При наличии формальдегида появляется яркое фиолетовое окрашивание. При проведении анализа необходимо выполнить не менее двух параллельных опытов. Фурфурол в больших концентрациях вызывает красноватое окрашивание. Гексаметилентетрамин (уротропин) мешает обнаружению, т. к. при нагревании выделяет формальдегид.

3.2 Количественное определение содержания формальдегида

Метод основан на колориметрическом определении содержания формальдегида по реакции с хромотроповой кислотой.

3.2.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Колбы плоскодонные вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 25336.

Колбы конические вместимостью 250—300 см^3 по ГОСТ 25336.

Колбы мерные вместимостью 50 см^3, 100 см^3, 1 дм^3 по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 1; 5; 10; 15; 20; 25; 50 см^3 по ГОСТ 29227.

Бюретка вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 29251.

Термометр по ГОСТ 13646.

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104.

Баня водяная по нормативному документу.

Колориметр фотоэлектрический по ГОСТ 22409.

Формалин по ГОСТ 1625.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а., раствор концентрации 1 моль/дм^3.

Йод по ГОСТ 4159, раствор концентрации 0,1 моль/дм^3 (0,1 нормальный — 0,1 н.).

Кислота серная концентрированная по ГОСТ 4204, х. ч., раствор концентрации 1 моль/дм^3 (1 н.).

Натрий серноватистокислый по ГОСТ 27068, ч. д. а., раствор концентрации 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.).

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, х. ч., водный раствор с массовой долей 1 %.

Соль динатриевая хромотроповой кислоты по [1], ч. д. а., водный раствор с массовой долей 2 %.

Воронка лабораторная по ГОСТ 23932.

Пробка по ГОСТ 13646.

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.

3.2.2 Подготовка к испытанию

3.2.2.1 Отбор образцов

Отбор образцов и подготовку пробы к анализу проводят по ГОСТ 9209 со следующими дополнениями: меховые шкурки обрезают по периметру, а в меховых изделиях образцы отбирают там, где это возможно без нарушения целостности изделия — в швах, манжетах, на внутренней поверхности воротников. Измельченную кожевую ткань или волос закладывают для кондиционирования в колбу с пробкой и выдерживают сутки при комнатной температуре. Из отобранных образцов берут не менее двух проб.

3.2.2.2 Приготовление рабочего раствора формальдегида

2,7 см^3 раствора формальдегида с массовой долей приблизительно 37 % разбавляют дистиллированной водой в мерной колбе на 100 см^3 (раствор А). 1 см^3 этого раствора содержит приблизительно 10 мг формальдегида.

3.2.2.3 Приготовление стандартного раствора формальдегида

5,0 см^3 раствора А вносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доводят объем до метки дистиллированной водой (раствор Б).

В растворе Б определяют точную концентрацию формальдегида йодометрическим методом. Для этого отбирают калиброванной пипеткой 50,0 см^3 раствора Б и помещают в коническую колбу на 250—300 см^3. К отобранной пробе анализируемого раствора добавляют пипеткой 10,0 см^3 раствора гидроокиси натрия с концентрацией 1 н. и 20,0 см^3 раствора йода с концентрацией 0,1 н. Через 15 мин раствор подкисляют 12,0 см^3 раствора серной кислоты концентрации 1 н., колбу быстро закрывают запаянной конической воронкой или насадкой для улавливания паров от колбы Къельдаля и оставляют на 10 мин. Затем воронку ополаскивают дистиллированной водой (примерно 10,0 см^3) и выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия 0,1 н. концентрации, добавляя незадолго до окончания титрования в качестве индикатора 5—7 капель раствора крахмала. Предварительно проводят холостой опыт, заменив раствор Б тем же объемом дистиллированной воды.

Расчет концентрации формальдегида в растворе Б C, мг/см^3, проводят по формуле

$$C = \frac{(V_1 - V_2)\, K\, 1{,}501}{50}, \qquad (1)$$

где V_1 — объем раствора тиосульфата натрия 0,1 н. концентрации, израсходованный на титрование 20,0 см^3 раствора йода 0,1 н. концентрации в холостом опыте, см^3;

V_2 — объем раствора тиосульфата натрия 0,1 н. концентрации, израсходованный на титрование остатка раствора йода 0,1 н. концентрации, см^3;

1,501 — масса формальдегида, соответствующая 1,0 см^3 тиосульфата натрия 0,1 н. концентрации, мг;

K — поправочный коэффициент для приведения концентрации тиосульфата к 0,1 н.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не должно превышать 0,002 мг/см^3.

3.2.2.4 Построение градуировочного графика (ГГ)

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0 см^3 свежеприготовленного раствора Б и доводят объем до метки дистиллированной водой. Из каждой колбы отбирают пипеткой по 5,0 см^3 раствора, переносят в плоскодонные колбы вместимостью 100 см^3, добавляют по 1,0 см^3 свежеприготовленного водного раствора соли хромотроповой кислоты

с массовой долей 2 % и 10,0 см^3 серной кислоты плотностью, равной 1,84 г/см^3. Плоскодонные колбы помещают в кипящую водяную баню на 30 мин. Содержимое колб количественно переносят в мерные колбу на 50 см^3, охлаждают, доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают и измеряют оптическую плотность A на фотоэлектроколориметре при эффективной длине волны 570 нм и толщине рабочего слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор, полученный в холостом опыте без добавления растворов формальдегида. Концентрацию формальдегида $C_{гр}$, мг/см^3, в растворах, используемых для фотоколориметрирования, рассчитывают по формуле

$$C_{гр} = \frac{C V_1 V_4}{V_2 V_3}, \quad (2)$$

где C — концентрация формальдегида в растворе Б, мг/см^3;
V_1 — объем раствора Б, взятый для определения, см^3;
V_2 — вместимость мерной колбы, в которую вносят раствор Б, см^3;
V_3 — вместимость мерной колбы, в которую переносят раствор после кипячения на водяной бане, см^3;
V_4 — объем пробы раствора, взятого для реакции, см^3,

Полученные результаты используют для построения градуировочного графика, где откладывают на оси абсцисс значения концентраций формальдегида в мг/см^3, а на оси ординат соответствующие им данные оптической плотности A растворов.

3.2.3 Проведение испытания

Определение содержания формальдегида проводят в двух параллельных навесках кожевой ткани или волоса. Для этого точную навеску кожевой ткани или волоса (0,5000 г), подготовленную по 3.2.2.1, помещают в сухую коническую колбу вместимостью 250 см^3. В колбу пипеткой добавляют 100 см^3 дистиллированной воды (V), закрывают пробкой, тщательно перемешивают и выдерживают при комнатной температуре 24 ч при периодическом перемешивании. Содержимое фильтруют в сухую колбу и пипеткой переносят 5,0 см^3 (V_1) полученного раствора в плоскодонную колбу вместимостью 100 см^3, туда же вносят 10,0 см^3 концентрированной серной кислоты и 1,0 см^3 свежеприготовленного раствора хромотроповой кислоты массовой долей 2 %. Колбу помещают в кипящую водяную баню на 30 мин. Содержимое колбы количественно переносят в мерную колбу на 50 см^3 (V_2), охлаждают, доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают, переносят в кюветы толщиной 50 мм, измеряют оптическую плотность раствора (A_x) по 3.2.2.4 и по градуировочному графику находят концентрацию формальдегида в фотометрируемом растворе (мг/см^3).

Если фильтрат (раствор В) окрашен, то 5,0 см^3 полученного раствора пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, нагревают на водяной бане 30 мин, охлаждают и доводят до метки дистиллированной водой. Оптическую плотность этого раствора измеряют в сравнении с дистиллированной водой и ее значение вычитывают из значения оптической плотности A_x.

3.2.4 Обработка результатов

Содержание водовымываемого формальдегида X, мг/г, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V C V_2}{V_1 m_{нав}}, \quad (3)$$

где $m_{нав}$ — масса навески анализируемого образца, г;
C — концентрация формальдегида в анализируемом растворе, найденная по ГГ, мг/см^3;
V — объем дистиллированной воды, взятой для замачивания пробы, см^3;
V_1 — анализируемая аликвотная часть водной вытяжки, см^3;
V_2 — вместимость мерной колбы с раствором для фотометрирования, см^3.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, вычисленное с точностью до второго десятичного знака. Погрешность метода составляет ±10 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.3 Качественная реакция на хром (VI)

Метод основан на образовании соединения ионов хрома (VI) с дифенилкарбазидом фиолетово-розовой окраски.

3.3.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Пробирка стеклянная по ГОСТ 1770.
Кислота серная концентрированная по ГОСТ 4204, х. ч.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Дифенилкарбазид по [2], ч. д. а.
Дифенилкарбазид, спиртовой раствор с массовой долей 1,0 %.
Пробка по ГОСТ 5541.
Воронка лабораторная по ГОСТ 23932.

3.3.2 Подготовка к испытанию

3.3.2.1 Метод отбора пробы

Отбор и подготовку пробы к анализу проводят по 3.2.2.1.

3.3.2.2 Раствор дифенилкарбазида

1,0 г дифенилкарбазида растворяют в 100 $см^3$ этилового спирта с массовой долей 75 %.

Раствор следует хранить в плотно закрытой склянке темного стекла не более 5 сут.

3.3.3 Проведение испытания

Около 0,5 г измельченной кожевой ткани или волоса помещают в пробирку, заливают 10 $см^3$ дистиллированной воды, нагревают до кипения и держат при температуре кипения в течение нескольких минут. Затем раствор профильтровывают в другую пробирку. 1 $см^3$ полученного водного экстракта подкисляют пятью каплями серной кислоты и добавляют три капли спиртового раствора дифенилкарбазида. Появление фиолетово-розовой окраски свидетельствует о наличии соединений хрома (VI). В качестве контрольного раствора используют водный экстракт без добавления дифенилкарбазида.

3.4 Определение содержания хрома (VI)

Метод основан на экстракционно-фотоколориметрическом определении интенсивности окраски соединения хрома (VI) с дифенилкарбазидом.

3.4.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104.
Колориметр фотоэлектрический по ГОСТ 22409.
Плитка электрическая по ГОСТ 14919.
Колба коническая вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.
Колба мерная вместимостью 50 $см^3$, 100 $см^3$, 1 $дм^3$ по ГОСТ 1770.
Воронка делительная вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.
Пипетка вместимостью 1; 2; 10; 20; 25; 50; 100 $см^3$ по ГОСТ 29227.
Бюретка вместимостью 25 $см^3$ по ГОСТ 29251.
Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.
Кислота серная концентрированная по ГОСТ 4204, х. ч.
Кислота серная концентрированная по ГОСТ 4204, растворы 1 : 1 и с массовой долей 20 %.
Кислота ортофосфорная концентрированная по ГОСТ 6552, х. ч.
Кислота хлорная концентрированная по [3], х. ч.
Кислота азотная концентрированная по ГОСТ 4461, х. ч.
Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830, х. ч.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, х. ч.
Дифенилкарбазид по [2], ч. д. а.
Дифенилкарбазид, спиртовой раствор с массовой долей 0,5 % и 1,0 %.
Пробка по ГОСТ 5541.

3.4.2 Подготовка к испытанию

3.4.2.1 Приготовление стандартного раствора калия двухромовокислого (раствор А)

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

3.4.2.2 Рабочий раствор калия двухромовокислого для градуировочного графика (раствор Б)

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

3.4.2.3 Растворы дифенилкарбазида

0,5 и 1,0 г дифенилкарбазида растворяют в 100 $см^3$ этилового спирта с массовой долей 75 %. Растворы следует хранить в плотно закрытых склянках темного стекла не более 5 сут.

3.4.2.4 Построение градуировочного графика

В конические колбы вместимостью 250 см^3 вносят 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0 см^3 раствора Б (V_1), добавляют в каждую колбу 1,0 см^3 раствора серной кислоты (1 : 1), 0,3 см^3 ортофосфорной кислоты, 2 см^3 раствора дифенилкарбазида, 20 см^3 дистиллированной воды, перемешивают и переносят раствор в делительную воронку, ополаскивая колбу небольшим количеством дистиллированной воды, которую также помещают в делительную воронку. В делительную воронку добавляют 2 г натрия хлористого и 20 см^3 изоамилового спирта. Содержимое делительной воронки тщательно перемешивают в течение 2 мин и оставляют для расслоения. Нижний водный слой сливают в другую делительную воронку, вновь добавляют 2 г натрия хлористого и 20 см^3 изоамилового спирта, вновь перемешивают и оставляют для расслоения. Оба экстракта количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 (V_2), доводят объем до метки изоамиловых спиртом и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре в кюветах с толщиной рабочего слоя 30 мм, используя светофильтр с максимумом поглощения 540 нм. В качестве раствора сравнения используют изоамиловый спирт с добавлением всех используемых при анализе реагентов.

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

$$C_{Cr}\frac{C\,V_1}{V_2}, \qquad (4)$$

где C — концентрация хрома (VI) в растворе Б, мг/см^3;

V_1 — объем пробы раствора Б, взятый для определения, см^3;

V_2 — вместимость мерной колбы, в которую перенесен экстракт, см^3.

По результатам измерений строят градуировочный график, при этом значение оптической плотности откладывают по оси ординат, а по оси абсцисс — концентрацию хрома (VI), мг/см^3.

3.4.3 Проведение испытания

Определение содержания хрома (VI) проводят в двух параллельных навесках кожевой ткани или волоса. Для этого точную навеску кожевой ткани или волоса массой 0,5000 г, подготовленную по 3.3.2.1, помещают в сухую коническую колбу вместимостью 250 см^3. В колбу пипеткой добавляют 100 см^3 дистиллированной воды (V), закрывают пробкой, тщательно перемешивают и выдерживают при комнатной температуре 24 ч при периодическом перемешивании. Водную вытяжку после перемешивания фильтруют в сухую колбу через вату. 25,0—50,0 см^3 отфильтрованной водной вытяжки (V_1) отбирают в делительную воронку вместимостью 250 см^3, приливают пипеткой 1,0 см^3 раствора серной кислоты (1 : 1), 0,3 см^3 ортофосфорной кислоты, 2 см^3 раствора дифенилкарбазида, 2 г натрия хлористого, 20 см^3 изоамилового спирта, перемешивают в течение двух минут и оставляют раствор для расслаивания. Нижний водный слой сливают в другую делительную воронку и вновь экстрагируют 20 см^3 изоамилового спирта с добавлением 2 г натрия хлористого. Оба экстракта объединяют в мерную колбу вместимостью 50 см^3 (V_2) и доводят объем до метки изоамиловым спиртом. После этого измеряют оптическую плотность полученного экстракта на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом поглощения 540 нм и кюветы толщиной рабочего слоя 30 мм. В качестве контрольного раствора применяют изоамиловый спирт с добавлением всех реактивов.

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

3.4.4 Обработка результатов

Содержание хрома (VI) в водной вытяжке кожевой ткани или волоса X, мг/г, определяют по формуле

$$X=\frac{V\,C_{Cr}\,V_2}{V_1\,m_{нав}}, \qquad (5)$$

где V — объем дистиллированной воды, взятый для замачивания пробы кожевой ткани или волоса, см^3;

V_1 — объем водной вытяжки, взятый для определения, см^3;

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

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

$m_{нав}$ — масса навески кожевой ткани или волоса, г.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух

параллельных определений, вычисленное до третьего десятичного знака. Погрешность метода не превышает ± 10 % относительных при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.5 Качественная реакция на наличие соединений хрома

Метод основан на способности соединений хрома (VI) окрашиваться в ярко-красный цвет при люминесцентном освещении.

3.5.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Микроскоп инструментальный для наблюдения в отраженном свете с люминесцентным осветителем по ГОСТ 8074.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а., водный раствор с массовой долей 20 %.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, х. ч., раствор с массовой долей 10 %.

Стекло покровное по ГОСТ 6672.

Стекло предметное по ГОСТ 9284.

3.5.2 Проведение испытания

Около 0,5 г тонко измельченной кожевой ткани или волоса помещают на часовое стекло и прибавляют 4—5 капель 20 %-ного раствора щелочи. Стекло нагревают 4—5 мин на водяной бане при 80 °С и добавляют каплю 10 %-ного раствора пероксида водорода. Нагревание продолжают еще 3—5 мин. Пипеткой отбирают 1—2 капли жидкости и помещают на предметное стекло микроскопа. В присутствии соединений хрома при люминесцентном освещении (осветитель ОИ-18 или ОИ-28) проявляется характерное ярко-красное окрашивание. В случае окрашенного образца целесообразно провести «холостой» опыт без добавления пероксида водорода.

3.6 Определение содержания общего хрома

Метод основан на переводе экстрагированных в водную вытяжку соединений хрома в шестивалентное состояние с последующим колориметрическим определением по реакции с дифенилкарбазидом.

3.6.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104.

Колориметр фотоэлектрический по ГОСТ 22409.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

pH-метр по ГОСТ 9245.

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

Колба мерная вместимостью 50 $см^3$, 100 $см^3$, 1 $дм^3$ по ГОСТ 1770.

Пипетка вместимостью 1; 2; 10; 20; 25; 50; 100 $см^3$ по ГОСТ 29227.

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

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.

Кислота серная концентрированная по ГОСТ 4204, х. ч.

Кислота серная концентрированная по ГОСТ 4204, растворы 1 : 1 и с массовой долей 20 %.

Кислота ортофосфорная концентрированная по ГОСТ 6552, х. ч.

Кислота хлорная концентрированная по [3], х. ч.

Кислота азотная концентрированная по ГОСТ 4461, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, х. ч.

Дифенилкарбазид, спиртовой раствор с массовой долей 0,5 % и 1,0 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч.д.а., водный раствор с массовой долей 20 %.

Натрия гидроокись, раствор 0,1 н. концентрации.

Фенолфталеин по [4], ч. д. а., спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Пробка по ГОСТ 5541.

Воронка лабораторная по ГОСТ 23932.

3.6.2 Подготовка к испытанию

3.6.2.1 Приготовление окислительной смеси

Окислительную смесь для перевода хрома (III) в хром (VI) готовят смешиванием 50 $см^3$ концентрированной хлорной и 20 $см^3$ концентрированной серной кислот.

3.6.2.2 Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ вносят 0,5; 1,0; 3,0; 4,0; 5,0; 7,0; 8,0 и 10 $см^3$ рабочего раствора двухромовокислого калия (раствор Б), добавляют в каждую колбу 1 $см^3$ раствора серной кислоты (1 : 1), 0,3 $см^3$ ортофосфорной кислоты, 2 $см^3$ раствора дифенилкарбазида и доводят объем до метки дистиллированной водой. Перемешивают и через 5 мин измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом поглощения 540 нм и кюветы

толщиной рабочего слоя 30 мм. Концентрацию хрома (VI) в рабочих растворах, используемых для фотоколориметрирования, вычисляют по формуле (4) (3.4.2.4).

В качестве контрольного применяют раствор, содержащий вышеперечисленные компоненты, кроме двухромовокислого калия. По результатам измерений строят градуировочный график, при этом по оси ординат откладывают значение оптической плотности, а по оси абсцисс — концентрацию хрома (VI) в мг/см^3.

3.6.3 Проведение испытания

Определение содержания общего хрома проводят на двух параллельных навесках кожевой ткани или волоса. Навеску измельченной кожевой ткани или волоса массой 0,5 г взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, пипеткой добавляют 100 см^3 дистиллированной воды (V), смачивают всю поверхность кожевой ткани или волоса, перемешивают, закрывают пробкой и оставляют на 24 ч. Водную вытяжку фильтруют через вату в сухую колбу. 25—50 см^3 полученной водной вытяжки (V_2) отбирают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают пипеткой 5 см^3 окислительной смеси, 2 см^3 концентрированной азотной кислоты и ставят на электрическую плитку. Кипятят до появления плотных белых паров и после этого продолжают кипячение в течение 10 мин. Раствор должен быть прозрачным. Содержимое колбы охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 (V_1) и доводят до метки дистиллированной водой.

В коническую колбу отбирают точно 25—50 см^3 раствора из мерной колбы (V_3) в зависимости от предполагаемого количества хрома и нейтрализуют сначала раствором гидроокиси натрия с массовой долей 20 % до pH около 5, а затем раствором 0,1 н. концентрации до pH (9,0 ± 0,5). В случае отсутствия pH-метра предварительно проводят нейтрализацию аликвотной части окисленного раствора с использованием индикатора фенолфталеина до слабо-розовой окраски. Используемый для нейтрализации объем щелочи добавляют к анализируемой пробе без добавления фенолфталеина.

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 (V_4) вносят пипеткой 0,3 см^3 ортофосфорной кислоты, 1 см^3 раствора серной кислоты 1 : 1, 2 см^3 раствора дифенилкарбазида и количественно переносят анализируемый раствор после окисления и нейтрализации, ополаскивая коническую колбу дистиллированной водой. Далее доводят раствор до метки и через 5 мин измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре в кюветах толщиной рабочего слоя 30 мм, применяя светофильтр с максимумом поглощения 540 нм. В качестве контрольного используют дистиллированную воду с добавлением реагентов по 3.6.2.2 (кроме раствора двухромовокислого калия). По значению оптической плотности в соответствии с градуировочным графиком определяют концентрацию общего хрома (мг/см^3).

3.6.4 Обработка результатов

Содержание общего хрома в водной вытяжке кожевой ткани или волоса X_1, мг/г, определяют по формуле

$$X_1 = \frac{V V_1 C_{Cr} V_4}{V_2 V_3 m_{нав}}, \qquad (6)$$

где V — объем воды, взятый для замачивания пробы кожевой ткани или волоса, см^3;

V_1 — вместимость мерной колбы, в которую перенесли раствор после окисления, см^3;

V_2 — объем водной вытяжки, взятый для окисления, см^3;

V_3 — объем окисленного и нейтрализованного раствора, см^3;

V_4 — вместимость мерной колбы с раствором для колориметрирования, см^3;

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

$m_{нав}$ — масса навески кожевой ткани или волоса, г.

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

Результаты испытаний оформляют в соответствии с приложением А.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

Форма протокола испытаний

Наименование организации _____
Наименование образца _____
Обозначение настоящего стандарта _____
Содержание свободного формальдегида, мг/г _____
Содержание водовымываемого хрома (VI), мг/г _____
Содержание общего хрома, мг/г _____

Дата _____ _____
личная подпись расшифровка подписи

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 6-09-05-1371—88 Динатриевая соль хромотроповой кислоты. Технические условия
[2] ТУ 6-09-07-1672—89 Дифенилкарбазид. Технические условия
[3] ТУ 6-09-2878-84 Кислота хлорная. Технические условия
[4] ТУ 6-09-4530—77 Фенолфталеин. Технические условия

УДК 675.6.62 : 006.354 ОКС 59.140.30 М23 ОКСТУ 8960

Ключевые слова: меха, меховые изделия, вредные вещества, свободный формальдегид, водовымываемые соединения хрома, методы обнаружения, определение содержания

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 08.10.2001. Подписано в печать 05.11.2001. Усл.печ.л. 1,40. Уч.-изд.л. 1,05.
Тираж экз. С 2476. Зак. 1044.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru