

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ШКУРКИ МЕХОВЫЕ И ОВЧИНА ШУБНАЯ ВЫДЕЛАННЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ОКИСИ ХРОМА

ГОСТ 9212—77

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 675.031.2:546.76-31.06:006.354 Группа М29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ШКУРКИ МЕХОВЫЕ И ОВЧИНА ШУБНАЯ ВЫДЕЛАННЫЕ

Методы определения содержания окиси хрома

ГОСТ 9212—77

Fur skins and fur coat. Methods of determination of oxide chrome content

ОКСТУ 8909

Дата введения 01.07.78

Настоящий стандарт распространяется на выделанные меховые шкурки и шубную овчину и устанавливает методы определения окиси хрома в кожевой ткани сплавлением в золе с окислительной смесью, окислением хлорной кислотой и фотоколориметрическим методом.

1. МЕТОД ОТБОРА ОБРАЗЦОВ

1.1. Отбор образцов — по ГОСТ 9209.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения анализа должны применяться:

электропечь муфельная лабораторная типа МП-2УМ или другая с нагревом до 1000 °С;

плитки электрические по ГОСТ 14919;

весы лабораторные по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 0,1 мг или другие с аналогичной метрологической характеристикой;

колориметр фотоэлектрический лабораторный;

тигли фарфоровые низкие по ГОСТ 9147;

ступка фарфоровая по ГОСТ 9147;

воронки стеклянные по ГОСТ 25336;

колбы плоскодонные круглые вместимостью 250 и 500 $см^3$ по ГОСТ 25336;

колбы конические вместимостью 100 и 500 $см^3$ по ГОСТ 25336;

стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 500 $см^3$ по ГОСТ 25336;

бюретка вместимостью 25 $см^3$ по ГОСТ 29251;

пипетка вместимостью 25 $см^3$ по ГОСТ 29227;

цилиндры вместимостью 25 $см^3$ по ГОСТ 1770;

колбы мерные вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 1770;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83;

калий углекислый по ГОСТ 4221;

окись магния по ГОСТ 4526;

кислота серная по ГОСТ 4204;

калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор массовой долей йодистого калия 10 %;

натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068, раствор концентрации c ($Na_2L_2O_3$)=0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н. раствор);

крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор массовой долей крахмала 0,5 %;

калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, раствор концентрации c ($K_2Cr_2O_7$)=0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н. раствор);

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1977
© ИПК Издательство стандартов, 1998
Переиздание с Изменениями

кислота щавелевая, раствор массовой долей щавелевой кислоты 4,5 %;
кислота азотная по ГОСТ 4461, концентрированная;
кислота хлорная, раствор массовой долей хлорной кислоты 40 %;
перекись водорода по ГОСТ 177;
калий хлорнокислый;
бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026 или фильтры медленнофильтрующие с синей лентой;
бумага йодокрахмальная по ГОСТ 4517;
палочки стеклянные;
стекла часовые;
гольевой порошок нехромированный или кожевая ткань недубленая.
(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Подготовка пробы кожевой ткани к анализу — по ГОСТ 9209.

3.2. Анализ производится по двум параллельным определениям.

3.3. 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 полной однородности массы.

3.4. Для сжигания навески без озоления готовят смесь кислот следующего состава: 100 $см^3$ хлорной кислоты с массовой долей 40 % и 35 $см^3$ концентрированной серной кислоты.
(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Метод сплавления

4.1.1. Навеску измельченной кожевой ткани массой 2,0—2,5 г взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г, помещают в тигель и изоляют по ГОСТ 17631. Полученную золу тщательно перемешивают в тигле стеклянной палочкой с окислительной смесью, взятой в количестве, равной 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 мл горячей дистиллированной воды 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.

4.1.2. 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, как указано в п. 4.1.1.

Окислительной смеси в этом случае берут 1,0—1,2 г. Полученный раствор фильтруют, присоединяют к первому фильтрату и охлаждают до комнатной температуры.

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

4.1.3. К полученному раствору прибавляют 20 $см^3$ раствора йодистого калия массовой долей 10 %. Колбу с содержимым закрывают часовым стеклом и выдерживают в темноте 5—7 мин, затем взбалтывают и титруют раствором тиосульфата натрия концентрации 0,1 $моль/дм^3$ до тех пор, пока окраска раствора не станет слабо-желтой. Затем прибавляют 5 $см^3$ раствора крахмала с массовой долей 0,5 % и продолжают титровать до исчезновения синей окраски раствора.

4.1.4. Для проверки применяемых реактивов на чистоту ставят контрольный опыт. Смешивают такие же количества серной кислоты и йодистого калия, которые расходуются на проведение анализа, и прибавляют 5 $см^3$ раствора крахмала массовой долей 0,5 %.

Окрашивание раствора в синий цвет показывает, что реактивы недостаточно чисты. В этом случае определяют количество раствором тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/дм^3 необходимое для реакции с выделившимся в контрольном опыте йодом.

4.1.3, 4.1.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.2. Метод окисления хлорной кислотой

4.2.1. Навеску измельченной кожевой ткани массой около 1 г взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г, помещают в колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют 8 см^3 азотной кислоты и 20 см^3 смеси кислот, приготовленной, как указано в п. 3.4, или 6 г хлорнокислого калия, 8 см^3 азотной кислоты и 12 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 оранжевой окраски раствора, указывающей на окисление трехвалентного хрома в шестивалентный, поддерживают кипение еще 2—3 мин. Полученный раствор после окисления должен иметь оранжевую окраску.

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.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.2.2. **(Исключен, Изм. № 3).**

4.2.3. 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, и определяют содержание хрома, как указано в п. 4.1.3.

4.3. Фотоколориметрический метод

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

В каждую колбу прибавляют по 25 см^3 раствора щавелевой кислоты 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. 3.4, 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.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3.2. Измеряют оптическую плотность серии стандартных растворов. Настройку прибора и измерение оптической плотности производят с контрольным раствором, при этом используют нейтральный светофильтр № 0 и кювету с толщиной рабочего слоя 30 мм.

4.3.3. 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 п. 3.4. Раствор нагревают до растворения.

Прибавляют 65 см^3 раствора щавелевой кислоты 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.

4.3.4. 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 кубический дециметр.

4.3.3, 4.3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.3.5. 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 п. 3.4, осторожно при взбалтывании нагревают до полного растворения.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.3.6. К раствору прибавляют 25 $см^3$ раствора щавелевой кислоты массовой долей 4,5 % 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 окиси хрома в граммах на кубический дециметр.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. При определении хрома методом сплавления или окисления хлорной кислотой массовую долю хрома в пересчете на окись хрома X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 0{,}00253 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование, за вычетом израсходованного при контрольном опыте по п. 4.1.4, $см^3$;

K — поправка к раствору тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/$дм^3$;

0,00253 — масса окиси хрома, соответствующая 1 $см^3$ раствора тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/$дм^3$;

m — масса навески кожевой ткани, г.

5.2. При определении хрома фотоколориметрическим методом массовую долю хрома в пересчете на окись хрома X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{a \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где a — концентрация окиси хрома на градуировочной кривой, г/$дм^3$;

m — масса навески кожевой ткани, г.

5.1, 5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

5.3. Результат каждого определения подсчитывается с точностью до второго десятичного знака. Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 0,10 % — при содержании окиси хрома до 2,00 % и 0,20 % — при содержании окиси хрома более 2,00 %.

5.4. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений и округляют до первого десятичного знака.

5.5. Пересчет результатов испытания на абсолютно сухое вещество — по ГОСТ 938.1.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН Министерством легкой промышленности СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ:

   А.Н. Беседин, К.С. Загородникова, Г.С. Григорьева, Л.П. Плюснина, Р.Ж. Мустафина

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 23 ноября 1977 г. № 2738**

Изменение № 3 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 8 от 12.10.95)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 1805

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3. **Периодичность проверки — 5 лет**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 9212—59**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	2.1	ГОСТ 9147—80	2.1
ГОСТ 177—88	2.1	ГОСТ 9209—77	1.1, 3.1
ГОСТ 938.1—67	5.5	ГОСТ 10163—76	2.1
ГОСТ 1770—74	2.1	ГОСТ 12026—76	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1	ГОСТ 14919—83	2.1
ГОСТ 4220—75	2.1	ГОСТ 17631—72	4.1.1
ГОСТ 4221—76	2.1	ГОСТ 25336—82	2.1
ГОСТ 4232—74	2.1	ГОСТ 24104—88	2.1
ГОСТ 4461—77	2.1	ГОСТ 27068—86	2.1
ГОСТ 4517—87	2.1	ГОСТ 29227—91	2.1
ГОСТ 4526—75	2.1	ГОСТ 29251—91	2.1
ГОСТ 6709—72	2.1		

6. **Ограничение срока действия снято по протоколу Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в августе 1982 г., декабре 1987 г., июне 1996 г. (ИУС 12—82, 2—88, 10—96)**

Редактор *Т П Шашина*
Технический редактор *В Н Прусакова*
Корректор *С И Фирсова*
Компьютерная верстка *В И Грищенко*

Изд лиц №021007 от 10 08 95 Сдано в набор 17 03 98 Подписано в печать 10 04 98 Усл печ л 0,93
Уч -изд л 0,60 Тираж 132 экз С413 Зак 286

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер , 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип "Московский печатник"
Москва, Лялин пер , 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru