МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЭКСТРАКТЫ ДУБИЛЬНЫЕ РАСТИТЕЛЬНЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Издание официальное

БЗ 10—2004

Москва
Стандартинформ
2006

gost.e-ecolog.ru

УДК 675.041:006.354 Группа Л45

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЭКСТРАКТЫ ДУБИЛЬНЫЕ РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Методы определения

ГОСТ 28508—90

Vegetable tanning extracts. Methods of determination

МКС 71.100.99

Дата введения 01.07.91

Настоящий стандарт распространяется на растительные дубильные экстракты: дубовый, ивовый, еловый, лиственничный, таранговый и другие, а также на лигносульфонат технический, условно отнесенный к группе растительных дубителей, применяемые в кожевенной промышленности.

Стандарт устанавливает методы определения:

массовой доли воды;

массовой доли не растворимых в воде веществ;

массовой доли танидов и доброкачественности дубильного экстракта;

величины pH;

массовой доли золы;

массовой доли оксида железа (III);

массовой доли диоксида серы;

относительной вязкости.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Точечные пробы от твердых дубильных экстрактов (в глыбе, кусках, крошке, порошке) отбирают с поверхности и из середины упаковочных единиц. Выборки из точечных проб составляют объединенную пробу. Для этого точечные пробы соединяют вместе, измельчают на куски массой не более 0,15 кг (порошкообразный дубильный экстракт не измельчают) и тщательно перемешивают.

Из объединенной пробы методом квартования отбирают среднюю пробу массой не менее 1,5 кг. Среднюю пробу измельчают на куски размером не более 25 мм любым способом, не оказывающим влияния на химический состав экстракта.

1.2. Точечные пробы от жидких экстрактов отбирают с поверхности, середины и дна цистерны. Из точечных проб составляют общую пробу, для этого точечные пробы сливают вместе в чистую сухую емкость и перемешивают.

Из объединенной пробы отбирают среднюю пробу массой не менее 1,5 кг.

1.3. Среднюю пробу экстракта делят на две равные части, каждую часть помещают в чистую сухую стеклянную или полиэтиленовую банку с крышкой или в полиэтиленовый мешок. Для устранения брожения жидкого экстракта в каждую банку с пробой допускается прибавлять 0,15 г бетанафтола или другого антисептика на 0,75 кг экстракта.

На среднюю пробу наклеивают этикетку с указанием:

предприятия-изготовителя;

наименования экстракта;

номера партии;

номера вагона или цистерны;

даты отбора пробы;

должности и фамилии лиц, отбиравших пробу.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1990
© Стандартинформ, 2006

1.4. Одну часть средней пробы направляют на анализ в лабораторию. Вторую часть опечатывают и хранят в течение 2 мес.

1.5. Отбор проб производят специальными приспособлениями (пробоотборниками, желонками, скалывающими инструментами, патрубками на трубопроводе и др.), предварительно очищенными и высушенными, изготовленными из материала, не реагирующего с экстрактом.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ВОДЫ

2.1. Аппаратура, посуда и реактивы

Для определения массовой доли воды применяют:

баню водяную с подогревом до 100 °С;

баню водяную для охлаждения проточной водой;

шкаф сушильный с терморегулятором;

воронки В-100—150 ХС по ГОСТ 25336;

колбу Кн-500—34 по ГОСТ 25336 с воздушным холодильником;

колбы 1 (2)—500—2 и 1 (2)—1000—2 по ГОСТ 1770;

палочку стеклянную;

пипетку 2—2—50 по НТД;

стакан 6 или кружку 2 по ГОСТ 9147;

весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104*;

эксикатор 2—190 (250) по ГОСТ 25336;

чашки выпарительные стеклянные или металлические коррозийноустойчивые, вместимостью 50 см^3, массой не более 50 г;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709 температурой (20 ± 2) °С и нагретую до температуры (95 ± 5) °С;

кальций хлористый технический по ГОСТ 450, прокаленный.

2.2. Подготовка к испытанию

70,00—110,0 г средней пробы твердого экстракта, выпускаемого в виде глыбы или кусков и отобранного по п. 1.1, взвешивают. Результат взвешивания записывают с точностью не менее 0,01 г. Среднюю пробу переносят в фарфоровый стакан или коническую колбу, приливают 200—300 см^3 нагретой воды.

Стакан (колбу) с навеской экстракта помещают в водяную баню на ложное дно в виде кольца или решетки. Уровень воды в бане должен достигать уровня жидкости в стакане (колбе) с пробой. Экстракт растворяют на кипящей водяной бане в течение 45—60 мин при периодическом перемешивании стеклянной палочкой. Во время растворения стакан должен быть прикрыт воронкой, узкой частью кверху (а колба соединена с воздушным холодильником).

Растворенный экстракт переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, остаток продукта со стенок стакана (колбы) тщательно смывают водой в ту же мерную колбу. Объем раствора в мерной колбе не должен превышать 450—470 см^3. Затем раствор охлаждают в водяной бане до (20 ± 2) °С и доливают водой до метки (раствор А).

50 см^3 раствора А отбирают пипеткой, внешнюю сторону пипетки обтирают фильтровальной бумагой. Раствор помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, в которую предварительно наливают около 400 см^3 нагретой воды. Пипетку обмывают водой, сливая промывные воды в ту же мерную колбу. Раствор дубильного экстракта разбавляют нагретой водой до объема 940—950 см^3, охлаждают в водяной бане до (20 ± 2) °С и доливают водой до метки. Закрывают колбу пробкой, перемешивают. Этот раствор называют анализируемым.

Анализируемый раствор дубильных экстрактов, выпускаемых в виде крошки, порошка или жидкости, готовят непосредственно из средней пробы дубителя, крошку предварительно растирают до порошка. Массу навески (m) в граммах, нужную для приготовления анализируемого раствора, вычисляют по формуле

$$m = \frac{4 \cdot 100}{T},$$

где T — предполагаемая массовая доля танидов в дубильном экстракте (в соответствии с техническими условиями на определенный вид экстракта), %;

4 — требуемая массовая концентрация танидов в анализируемом растворе, г/дм^3.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

Анализируемый раствор растительного дубильного экстракта должен содержать 3,5—4,5 г танидов в 1 см³. Соответствие концентрации анализируемого раствора указанному требованию устанавливают по п. 4.4.3. При отклонении концентрации анализируемого раствора от указанной величины раствор готовят вновь, увеличив или уменьшив массу навески.

2.3. Проведение испытания

50 см³ хорошо перемешанного анализируемого раствора экстракта, приготовленного по п. 2.2, помещают в выпарительную чашку, предварительно высушенную при (102 ± 2) °С и взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г, и выпаривают на водяной бане досуха. Остаток сушат в сушильном шкафу при (102 ± 2) °С в течение 3 ч. Затем охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием в течение 20 мин и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. Сушку повторяют до получения разницы в массе между двумя последующими взвешиваниями не более 0,001 г. Каждую повторную сушку проводят в течение 1 ч.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую концентрацию сухого вещества (X) в г/дм³ в анализируемом растворе вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 1000}{50},$$

где m_1 — масса сухого вещества в 50 см³ анализируемого раствора, г;

1000 — объем анализируемого раствора по п. 2.2, см³;

50 — объем анализируемого раствора, взятый для определения сухого вещества, см³.

2.4.2. Массовую долю сухого вещества в дубильном экстракте (X_1) в процентах вычисляют по формулам:

для экстрактов, выпускаемых в виде глыбы и кусков

$$X_1 = \frac{X \cdot 500 \cdot 100}{50 \cdot m};$$

для экстрактов, выпускаемых в виде крошки, порошка или жидкости

$$X_1 = \frac{X \cdot 100}{m},$$

где X — массовая концентрация сухого вещества в анализируемом растворе, г/дм³;

m — масса навески экстракта в растворе А по п. 2.2, г;

500 — объем раствора А по п. 2.2, см³;

50 — объем раствора А, взятый для приготовления анализируемого раствора по п. 2.2, см³.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемые расхождения, указанные в табл. 1, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Таблица 1

Массовая доля сухого вещества, %	Допускаемое расхождение, %
От 70 до 80 включ.	0,7
Св. 80 » 90 »	0,8
» 90 » 95 »	0,9
» 95 » 100 »	1,0

2.4.3. Массовую долю воды (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = 100 - X_1,$$

где X_1 — массовая доля сухого вещества в дубильном экстракте, %.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ НЕ РАСТВОРИМЫХ В ВОДЕ ВЕЩЕСТВ

3.1. Аппаратура, посуда и реактивы

Для определения массовой доли не растворимых в воде веществ применяют:

стаканы В-1—250 и В-1—600 по ГОСТ 25336;

колбы Кн-100—22 или Кн-250—34 по ГОСТ 25336;

пипетку 2—2—30 по НТД;
цилиндр 1 (3)—100 по ГОСТ 1770;
эксикатор 2—190 (250) по ГОСТ 25336;
ступку 3 (4, 5) по ГОСТ 9147;
пестик 1 (2) по ГОСТ 9147;
бумагу фильтровальную лабораторную по ГОСТ 12026, быстрофильтрующую;
кислоту уксусную по ГОСТ 61, раствор концентрации c (CH_3COOH) = 0,01 моль/дм^3;
кислоту соляную по ГОСТ 3118, с массовой долей 10 %;
серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, с массовой долей 1 %;
кальций хлористый технический по ГОСТ 450, прокаленный;
каолин по ГОСТ 21285 или другой марки.

3.2. Подготовка к испытанию

3.2.1. Подготовка каолина

Масса сухого остатка от выпаривания и сушки при (102 ± 2) °С 50 см^3 фильтрата суспензии, полученной при взбалтывании 1 г каолина в 100 см^3 раствора уксусной кислоты, не должна превышать 0,5 мг; pH водной суспензии с массовой долей 1 % должен быть в пределах 5—6. При несоответствии этим требованиям к каолину приливают раствор соляной кислоты с массовой долей 10 % (соотношение массы каолина и раствора кислоты 1:6), кипятят 2 ч и промывают горячей, а затем холодной водой до pH суспензии 5—6 и отрицательной реакции на ион хлора (проба раствором нитрата серебра). Затем воду сливают, каолин высушивают при 115 °С—120 °С и растирают в ступке.

3.2.2. Подготовка фильтра со слоем каолина

75 см^3 анализируемого раствора дубильного экстракта, приготовленного по п. 2.2, смешивают в стакане с 1 г каолина. Суспензию каолина переносят на складчатый фильтр. Остаток каолина из стакана смывают на тот же фильтр первой порцией фильтрата (не более 25 см^3). Фильтрат собирают в сухую колбу. Фильтрование продолжают в течение 55—60 мин, при этом мутный фильтрат из приемной колбы несколько раз переносят на фильтр до получения прозрачного фильтрата. Прозрачный фильтрат отбрасывают, жидкость с фильтра удаляют с помощью пипетки или сифона, не допуская взмучивания каолина на фильтре, и тоже отбрасывают.

3.3. Проведение испытания

Отбирают цилиндром 75 см^3 анализируемого раствора дубильного экстракта, приготовленного по п. 2.2, переносят на фильтр со слоем каолина и фильтруют. Мутный фильтрат отбрасывают, а прозрачный собирают в сухую колбу. 50 см^3 прозрачного фильтрата помещают в выпарительную чашку, выпаривают на водяной бане, сушат и взвешивают по п. 3.2.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую концентрацию растворимых в воде веществ (X_3) в г/дм^3 анализируемого раствора вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 1000}{50},$$

где m_1 — масса сухого вещества в 50 см^3 фильтрата, г;
1000 — объем анализируемого раствора по п. 2.2, см^3;
500 — объем фильтрата, взятый для определения, см^3.

3.4.2. Массовую долю растворимых в воде веществ (X_4) в процентах в дубильном экстракте вычисляют по формулам:

для экстрактов, выпускаемых в виде глыбы и кусков,

$$X_4 = \frac{X_3 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 50},$$

для экстрактов, выпускаемых в виде крошки, порошка и жидкости,

$$X_4 = \frac{X_3 \cdot 100}{m},$$

где X_3 — массовая концентрация растворимых в воде веществ в анализируемом растворе, г/дм^3;
m — масса навески экстракта в растворе А по п. 2.2, г;
500 — объем раствора А по п. 2.2, см^3;
50 — объем раствора А, взятый для приготовления анализируемого раствора по п. 2.2, см^3.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает 1,0 %, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.4.3. Массовую долю не растворимых в воде веществ (X_5) в процентах в дубильном экстракте вычисляют по формуле

$$X_5 = X_1 - X_4,$$

где X_1 — массовая доля сухого вещества в дубильном экстракте, определенная по п. 2.3, %;

X_4 — массовая доля растворимых в воде веществ в дубильном экстракте, %.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ТАНИДОВ И ДОБРОКАЧЕСТВЕННОСТИ ДУБИЛЬНОГО ЭКСТРАКТА

4.1. Аппаратура, посуда, реактивы и материалы

Для определения массовой доли танидов применяют:

баню водяную с подогревом до 100 °С;

весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104;

шкаф сушильный с терморегулятором;

аппарат для взбалтывания с числом оборотов (30 ± 5) мин$^{-1}$;

эксикатор 2—190 (250) по ГОСТ 25336;

банки стеклянные и полиэтиленовые вместимостью 250 и 500 или 800 см^3, плотно закрывающиеся крышками или резиновыми пробками;

пипетки 2—2—100 и 6 (7)—2—10 по НТД;

цилиндры 1 (3)—100 и 1 (3)—250 по ГОСТ 1770;

колбы Кн-100—22 и Кн-250—34 по ГОСТ 25336;

колбу 1 (2)—100—2 по ГОСТ 1770;

стакан В-1—100 по ГОСТ 25336;

стакан 4 (5) по ГОСТ 9147;

пробирку по ГОСТ 25336;

чашки фарфоровые по ГОСТ 9147 или кристаллизационные по ГОСТ 25336, вместимостью 1500 см^3;

воронки стеклянные по ГОСТ 25336;

палочку стеклянную;

чашки выпарительные стеклянные или металлические коррозийноустойчивые, вместимостью 50 см^3, массой не более 50 г.

воронки металлические коррозийноустойчивые с сетчатым дном, высота воронки 6,5—7 см, диаметр верхней части 8,0—8,5 см, диаметр сетчатого дна 4,5—5,0 см, диаметр отверстий 0,10—0,15 см или

воронки Бюхнера 3 по ГОСТ 9147;

пестик металлический, состоящий из диска диаметром 4,4—4,9 см и деревянной ручки;

барий хлористый по ГОСТ 4108, с массовой долей раствора 10 %;

кальций хлористый технический по ГОСТ 450, прокаленный;

кислоту соляную по ГОСТ 3118, раствор концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3;

натрия гидрат окиси по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709;

натрий хлористый по ГОСТ 4233;

квасцы хромовокалиевые по ГОСТ 4162, раствор с массовой долей 3 %; срок хранения не более 15 сут;

желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор с массовой долей 1 %;

бумагу фильтровальную лабораторную по ГОСТ 12026, быстрофильтрующую;

порошок гольевой по ОСТ 17—546;

ткань (полотно или бязь) по ГОСТ 29298, размером 40 × 40 и 25 × 25 см.

4.2. Подготовка к испытанию

4.2.1. Подготовка раствора желатина с массовой долей 1 %

1 г желатина и 10 г натрия хлористого, взвешенных с точностью не менее 0,01 г, помещают в стеклянный стакан, приливают 70—80 см^3 воды, нагретой до 45 °С—50 °С, растворяют на водяной

бане при 55 °С—60 °С. Затем раствор охлаждают, доводят pH до 4,7 раствором соляной кислоты или гидроксида натрия, переносят в мерную колбу и доливают водой до метки. Срок хранения раствора не более 14 сут.

4.2.2. Подготовка ткани

Перед употреблением новую ткань кипятят в 1,0—1,5 $дм^3$ дистиллированной воды в течение 3 ч с пятикратной сменой воды, сушат при комнатной температуре. Ткань используют многократно до потери прочности.

4.2.3. Подготовка гольевого порошка

В гольевом порошке определяют массовую долю воды по ГОСТ 938.1 и вычисляют массу навески порошка (m) в граммах, которую нужно взять для анализа дубильного экстракта, по формуле

$$m = \frac{6{,}25 \cdot 100}{100 - W},$$

где 6,25 — масса сухого гольевого порошка, используемая для одного определения, г;

W — массовая доля воды в гольевом порошке, %.

Для одного анализа берут навеску гольевого порошка, равную $3 \cdot m$ г, взвешенную с погрешностью не более 0,01 г, и помещают в банку вместимостью 500 или 800 $см^3$ (в зависимости от количества анализов). Затем гольевой порошок хромируют. Для этого к навеске порошка приливают десятикратное количество (от массы порошка) разбавленного раствора хромовокалиевых квасцов, который готовят непосредственно перед употреблением следующим образом: в цилиндр помещают $3 \cdot m$ $см^3$ раствора квасцов с массовой долей 3 % (1 $см^3$ раствора в 1 г гольевого порошка), разбавляют водой до объема $10 \cdot 3 \cdot m$ $см^3$.

Банку с гольевым порошком и раствором квасцов плотно закрывают пробкой или крышкой, встряхивают вручную 6 раз, а затем взбалтывают в течение 1 ч на аппарате для взбалтывания. После взбалтывания хромированный гольевой порошок переносят на ткань, помещенную в стеклянную, металлическую или фарфоровую воронку, дают жидкости стечь и порошок отжимают от жидкости вручную. Затем ткань с порошком кладут в фарфоровую или стеклянную кристаллизационную чашку, ткань разворачивают и промывают хромированный гольевой порошок водой. Для этого в чашку с порошком наливают 15-кратное количество воды от массы гольевого порошка до хромирования ($15 \cdot 3 \cdot m$ $см^3$), перемешивают стеклянной палочкой и оставляют в покое на 15 мин. После этого порошок отжимают, воду сливают и отбрасывают. Порошок в ткани снова помещают в ту же чашку и приливают новую порцию воды.

Промывку повторяют четыре раза, не допуская при промывках потерь гольевого порошка. Последнюю порцию вод испытывают на отсутствие сульфатов раствором хлористого бария. При положительной реакции на сульфаты промывку порошка повторяют.

Отжатый гольевой порошок из ткани количественно переносят в фарфоровый стакан и взвешивают с погрешностью не более 0,05 г; масса хромированного и промытого гольевого порошка (для одного анализа) должна быть 72—78 г. Затем порошок делят на три пробы с одинаковой массой, которые помещают в банки вместимостью 250 $см^3$. К каждой пробе порошка приливают воду в количестве, равном 26,25 г минус масса одной пробы. После этого содержимое банок сильно встряхивают вручную три раза.

Две пробы подготовленного гольевого порошка используют для проведения параллельных определений, третью пробу используют для контрольного определения.

Ткань стирают, споласкивают дистиллированной водой и сушат.

4.3. Проведение испытания

К двум пробам гольевого порошка, подготовленного по п. 4.2.3, приливают по 100 $см^3$ анализируемого раствора (п. 2.2), при этом концентрация анализируемого раствора уменьшается в 1,2 раза. Банки с пробами плотно закрывают крышками или пробками и встряхивают 6—10 раз вручную, а затем взбалтывают в течение 10 мин на аппарате для взбалтывания. Раствор таранового дубителя обездубливают в течение 1 ч.

После этого обездубленный анализируемый раствор вместе с гольевым порошком переносят в металлическую воронку или на ткань, помещенную в обычную стеклянную воронку или фарфоровую воронку Бюхнера. Порошок на металлической воронке отжимают от жидкости пестиком, на стеклянной или фарфоровой воронке Бюхнера отжим производят вручную. Жидкость собирают в сухую колбу вместимостью 250 $см^3$, прибавляют 1 г каолина, перемешивают стеклянной палочкой и переносят на складчатый бумажный фильтр.

Мутный фильтрат несколько раз переносят на тот же фильтр и фильтруют до получения прозрачного фильтрата, который собирают в сухую чистую колбу вместимостью 100 или 250 см³.

Воронки во время фильтрования должны быть прикрыты бумажным фильтром. Полноту обездубливания анализируемого раствора проверяют по реакции с раствором желатина. Для этого к 10 см³ фильтрата, помещенного в пробирку, приливают 1 см³ раствора желатина и подогревают до 60 °С. Появление мути или осадка указывает на неполное обездубливание. В этом случае анализ повторяют с уменьшенной навеской дубильного экстракта. Затем 50 см³ прозрачного фильтрата помещают в выпарительную чашку, выпаривают на водяной бане, сушат и взвешивают по п. 3.2.

К третьей пробе гольевого порошка, предназначенной для контрольного определения и подготовленной по п. 5.2, вместо 100 см³ анализируемого раствора приливают 100 см³ дистиллированной воды и выполняют все операции, что и с анализируемым раствором, за исключением испытания на полноту обездубливания.

По массе сухого вещества, найденной в 50 см³ прозрачного фильтрата при контрольном определении, судят о растворимости гольевого порошка в воде. Если этот показатель выше 0,0021 г, то массу сухого вещества сверх 0,0021 г учитывают при вычислении содержания нетанидов. Поправку не применяют, если показатель растворимости порошка равен или менее 0,0021 г в 50 см³ воды.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую концентрацию нетанидов (X_6) в г/дм³ в анализируемом растворе вычисляют по формулам:

с учетом поправки на растворимость гольевого порошка

$$X_6 = \frac{[m_1 - (m_2 - 0{,}0021)] \cdot 1{,}2 \cdot 1000}{50};$$

без учета поправки на растворимость гольевого порошка

$$X_6 = \frac{m_1 \cdot 1{,}2 \cdot 1000}{50},$$

где m_1 — масса сухого вещества в 50 см³ фильтрата обездубленного раствора, г;

m_2 — масса сухого вещества в 50 см³ фильтрата при контрольном определении, г;

1000 — объем анализируемого раствора, приготовленного по п. 2.2, см³;

50 — объем фильтрата обездубленного раствора, см³;

1,2 — коэффициент разбавления водой 100 см³ анализируемого раствора;

0,0021 — поправка на растворимость гольевого порошка в 50 см³ воды, г.

4.4.2. Массовую долю нетанидов (X_7) в процентах в дубильном экстракте вычисляют по формулам:

для экстрактов, выпускаемых в виде глыбы и кусков,

$$X_7 = \frac{X_6 \cdot 500 \cdot 100}{50 \cdot m};$$

для экстрактов, выпускаемых в виде крошки, порошка и жидкости,

$$X_7 = \frac{X_6 \cdot 100}{m},$$

где X_6 — массовая концентрация нетанидов в анализируемом растворе, г/дм³;

m — масса навески экстракта в анализируемом растворе по п. 2.2, г;

500 — объем раствора А по п. 2.2, см³;

50 — объем раствора А, взятый для приготовления анализируемого раствора по п. 2.2, см³.

4.4.3. За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает значений, указанных в табл. 2, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Таблица 2

Массовая доля нетанидов, %	Допускаемое расхождение, %
От 30 до 40 включ.	1,5
Св. 40 » 50 »	2,0
» 50 » 60 »	2,3

4.4.4. Массовую концентрацию танидов (X_8) в г/дм^3 анализируемого раствора вычисляют по формуле

$$X_8 = X_3 - X_6,$$

где X_3 — массовая концентрация растворимых в воде веществ в анализируемом растворе по п. 3.4.1, г/дм^3;

X_6 — массовая концентрация нетанидов в анализируемом растворе, г/дм^3.

4.4.5. Массовую долю танидов (X_9) в процентах в дубильном экстракте вычисляют по формуле

$$X_9 = X_4 - X_7,$$

где X_4 — массовая доля растворимых в воде веществ в дубильном экстракте, определенная по п. 4.4.2, %;

X_7 — массовая доля нетанидов в дубильном экстракте, %.

4.4.6. Доброкачественность дубильного экстракта (X_{10}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{10} = \frac{X_9 \cdot 100}{X_4}.$$

5. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЕЛИЧИНЫ pH

5.1. Аппаратура и реактивы

Для определения величины pH применяют:

иономер универсальный ЭВ-74 или потенциометр — pH-метр со стеклянным измерительным электродом и с точностью измерения не менее 0,05 pH;

стакан Н-1—50 ТХС по ГОСТ 25336;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709.

5.2. Определение величины pH проводят в анализируемом растворе, приготовленном по п. 2.2 на pH-метре по инструкции, прилагаемой к прибору.

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ЗОЛЫ

6.1. Аппаратура, посуда и реактивы

Для определения массовой доли золы применяют:

плитку электрическую или горелку газовую;

печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую постоянную температуру при прокаливании (550 ± 50) °С;

весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104;

тигли высокие 2 (3) по ГОСТ 9147;

щипцы тигельные;

эксикатор 2—190 (250) по ГОСТ 25336;

кальций хлористый технический по ГОСТ 450, прокаленный.

6.2. Проведение испытания

3—5 г средней пробы дубителя, отобранной по п. 1.1, взвешивают с точностью не менее 0,0002 г, помещают в фарфоровый тигель, предварительно прокаленный и взвешенный с точностью не менее 0,0002 г, подсушивают и обугливают на электрической плитке или пламени газовой горелки. Далее сжигание и прокаливание выполняют по ГОСТ 938.2.

Первое взвешивание производят через (1,5 ± 0,1) ч, последующие — через каждые 30 мин прокаливания. Прокаливание считают законченным, когда разность в массе двух последовательных взвешиваний не будет превышать 0,001 г.

6.3. Обработка результатов

Массовую долю золы (X_{11}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{11} = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса прокаленного остатка с тиглем, г;

m_2 — масса тигля, г;

m — масса навески дубителя, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, допускаемые абсолютные расхождения между которыми не превышают значений, указанных в табл. 3, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Таблица 3

Массовая доля золы, %	Допускаемое расхождение, %
От 1,0 до 5,0 включ.	0,3
Св. 5,0 » 10,0 »	0,6
» 10,0 » 15,0 »	0,9
» 15,0 » 20,0 »	1,2

7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ОКСИДА ЖЕЛЕЗА (III)

7.1. Аппаратура, посуда и реактивы

Для определения массовой доли оксида железа (III) применяют:

фотоэлектрокалориметр;

бюретки 1—2—50—0,1 по НТД;

колбы 1 (2)—50—2 и 1 (2)—100—2 по ГОСТ 1770;

колбы Кн-100—22 по ГОСТ 25336;

пипетки 2—2—5, 2—2—10, 2—2—20, 2—2—25 по НТД;

стаканы В-1—100 по ГОСТ 25336;

цилиндры 2 (4)—50, 1 (3)—5, 1 (3)—25 по ГОСТ 1770;

аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор с массовой долей 30 %;

квасцы железоаммонийные по НТД; готовят растворы с массовой концентрацией железа 1 мг/см^3 и 0,01 мг/см^3;

кислоту азотную по ГОСТ 4461;

кислоту соляную по ГОСТ 3118;

спирт изоамиловый по ГОСТ 5830;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709;

бумагу фильтровальную лабораторную по ГОСТ 12026, быстрофильтрующую.

7.2. Подготовка к испытанию

В тигель с золой, полученной по п. 6.2, прибавляют 10—15 см^3 соляной кислоты, осторожно нагревают до полного растворения золы. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, ополаскивают тигель небольшими порциями дистиллированной воды; объем анализируемого раствора в колбе доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Если анализируемый раствор содержит нерастворенные частицы, его фильтруют.

Далее анализ проводят фотокалориметрическим или визуально-калориметрическим методом.

7.3. Проведение испытания

7.3.1. Фотокалориметрический метод (арбитражный метод)

5—25 см^3 раствора, приготовленного по п. 7.2, помещают в стеклянный стакан или коническую колбу, приливают 0,5 см^3 азотной кислоты и кипятят 2 мин.

Далее анализ выполняют по ГОСТ 10555 с применением роданистого аммония.

7.3.2. Визуально-калориметрический метод

5—25 см^3 раствора, приготовленного по п. 7.2, помещают в стеклянный стакан или коническую колбу, приливают 0,5 см^3 азотной кислоты и кипятят 2 мин.

После охлаждения раствор количественно переносят в цилиндр с притертой пробкой, добавляют 4 см^3 раствора роданистого аммония и доводят дистиллированной водой до объема 50 см^3. Одновременно проводят контрольный опыт. Для этого вместо анализируемого раствора для кипячения с азотной кислотой берут такое же количество дистиллированной воды. После кипячения раствор охлаждают, переносят в цилиндр с притертой пробкой, прибавляют 4 см^3 раствора роданистого аммония и титруют раствором железоаммонийных квасцов с концентрацией 0,01 мг/см^3 до тех пор, пока окраска раствора не станет одинаковой с окраской в цилиндре с анализируемым раствором.

Если окраска в цилиндре с анализируемым раствором недостаточно интенсивна, то определение железа проводят с извлечением окрашенного комплекса изоамиловым спиртом.

7.4. Обработка результатов

7.4.1. Массовую долю железа в пересчете на оксид железа (III) (X_{12}) в процентах, определенную фотокалориметрическим методом, вычисляют по формуле

$$X_{12} = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 1{,}43}{m \cdot V} \cdot 100 ,$$

где m — масса навески экстракта, мг;

m_1 — масса железа, найденная по калибровочному графику, мг;

100 — объем всего анализируемого раствора, см^3;

V — объем аликвотной части анализируемого раствора, см^3;

1,43 — коэффициент пересчета железа на оксид железа (III).

7.4.2. Массовую долю железа в пересчете на оксид железа (III) (X_{13}) в процентах, определенную визуально-калориметрическим методом, вычисляют по формуле

$$X_{13} = \frac{V_1 \cdot 100 \cdot 0{,}01 \cdot 1{,}43}{m \cdot V_2} \cdot 100 ,$$

где m — масса навески экстракта, мг;

V_1 — объем раствора железоаммонийных квасцов, израсходованный на титрование контрольного раствора, см^3;

V_2 — объем аликвотной части анализируемого раствора, взятый для калориметрирования, см^3;

0,01 — массовая концентрация железа в 1 см^3 раствора железоаммонийных квасцов, мг;

100 — объем всего анализируемого раствора, см^3;

1,43 — коэффициент пересчета железа на оксид железа (III).

7.4.3. За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,01 %, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ДИОКСИДА СЕРЫ

8.1. Аппаратура, посуда и реактивы

Для определения массовой доли диоксида серы применяют:

печь муфельную с терморегулятором;

тигли 3 (4) по ГОСТ 9147;

стаканы В-1—250 или В-1—500 по ГОСТ 25336;

колбы 1 (2)—250—2, 1 (2)—1000—2 по ГОСТ 1770;

пипетки 2—2—25 и 2—2—50 по НТД;

цилиндры 1 (3)—10; 1 (3)—50; 1 (3)—100 по ГОСТ 1770;

бюретку 3—2—25—01 по НТД;

колбы Кн-250—34 по ГОСТ 25336;

воронки В-100—150 ХС по ГОСТ 25336;

эксикатор 2—190 (250) по ГОСТ 25336;

натрий углекислый по ГОСТ 83;

магния окись по ГОСТ 4526;

смесь Эшка по ТУ 6-09—4516;

барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей 10 %;

кислоту соляную по ГОСТ 3118;

раствор буферный аммиачный для комплексонометрии по ГОСТ 4517;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей 1 %;

соль динатриевая этилендиамина-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с концентрацией c ($C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,05 моль/дм^3, готовят по ГОСТ 10398 или из фиксанала;

аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с концентрацией c (NH_4OH) = 9 моль/дм^3;

натрий хлористый по ГОСТ 4233;

эриохром черный Т, индикаторную смесь готовят по ГОСТ 10398;

метиловый оранжевый с массовой долей 0,1 % по ТУ 6-09—5171;

кальций хлористый по ГОСТ 450, предварительно прокаленный;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709;

бумагу фильтровальную лабораторную по ГОСТ 12026, обеззоленную, медленнофильтрующую.

8.2. Подготовка к испытанию

8.2.1. Приготовление раствора хлористого магния с концентрацией c ($MgCl_2$) = 0,05 моль/дм^3

2,016 г окиси магния растворяют в 90—100 см^3 соляной кислоты, разбавленной водой в соотношении 1:9, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят объем водой до метки.

8.2.2. Приготовление раствора аммиака с концентрацией c (NH_4OH) = 9 моль/дм^3

67,5 см^3 раствора аммиака с массовой долей 25 % разбавляют дистиллированной водой до 100 см^3.

8.2.3. Подготовка пробы дубильного экстракта

1,5—2,0 г экстракта взвешивают с точностью не менее 0,0002 г, тщательно перемешивают в тигле с 2—3-кратным количеством смеси Эшка или смеси, состоящей из 1 массовой части углекислого натрия и 2 массовых частей окиси магния. Тигель ставят в холодную муфельную печь. Сжигание и сплавление пробы в смеси производят в течение 1,5—2 ч с постепенным повышением температуры до (850 ± 50) °С.

После охлаждения пробу переносят в стакан. Тигель промывают горячей водой, затем 3—5 см^3 соляной кислоты и вновь горячей водой. Промывные воды сливают в тот же стакан; общий объем жидкости в стакане должен быть не более 100 см^3. В стакан добавляют 2—3 капли раствора метилового оранжевого. При щелочной реакции медленно, при помешивании, добавляют еще соляной кислоты до кислой реакции, нагревают до кипения и полного растворения осадка. Далее анализ проводят весовым или комплексонометрическим методом.

8.3. Проведение испытания

8.3.1. Весовой метод

В нагретый до кипения раствор медленно, при перемешивании, добавляют 10—15 см^3 раствора хлористого бария до полного осаждения сульфатов, кипятят 10 мин и оставляют не менее чем на 5 ч. Затем осадок промывают горячей водой до удаления ионов хлора (проба по азотнокислому серебру) вначале декантацией в стакане, сливая промывные воды на фильтр, а затем на фильтре.

Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, предварительно прокаленный и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г, озоляют и прокаливают при (850 ± 50) °С в течение 6 ч. Затем тигель с остатком охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. Прокаливание в течение 15 мин и взвешивание повторяют до установления разности в массе последовательных взвешиваний не более 0,0001 г.

8.3.2. Комплексонометрический метод

Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают дистиллированной водой до метки, перемешивают и отбирают пипеткой 25 или 50 см^3 в стакан для осаждения сульфатов. К раствору прибавляют 50 см^3 дистиллированной воды, нагревают до кипения и медленно, при перемешивании, добавляют 5—10 см^3 раствора хлористого бария до полного осаждения сульфатов, кипятят 10 мин, раствор охлаждают, осадку дают отстояться. Затем его промывают горячей водой до удаления ионов хлора (проба по азотнокислому серебру) вначале декантацией в стакан, сливая промывные воды на фильтр, а затем на фильтре.

Промытый осадок вместе с фильтром переносят в коническую колбу, добавляют 50—75 см^3 воды, 5 см^3 раствора аммиака, 10 см^3 раствора трилона Б и кипятят до полного растворения осадка. Затем раствор охлаждают, добавляют 5 см^3 буферного раствора и 0,1 г индикаторной смеси, перемешивают и титруют раствором хлористого магния до перехода окраски из голубой в лиловую.

8.4. Обработка результатов

8.4.1. Массовую долю диоксида серы (X_{14}) в процентах, определенную весовым методом, вычисляют по формуле

$$X_{14} = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0{,}274 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — общая масса зольного остатка с тиглем, г;

m_2 — масса тигля, г;

m — масса навески экстракта, г;

0,274 — коэффициент пересчета сульфата бария на диоксид серы.

8.4.2. Массовую долю диоксида серы (X_{15}) в процентах, определенную комплексонометрическим методом, вычисляют по формуле

$$X_{15} = \frac{(V - V_1) \cdot 250 \cdot 0{,}0032 \cdot 100}{V_2 \cdot m},$$

где V — объем раствора трилона Б с концентрацией c ($C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,05 моль/дм^3, взятый для определения, см^3;

V_1 — объем раствора хлористого магния с концентрацией c ($MgCl_2$) = 0,05 моль/дм^3, израсходованный на обратное титрование, см^3;

0,0032 — количество диоксида серы, соответствующее 1 см^3 раствора трилона Б с концентрацией c ($C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,05 моль/дм^3, г;

250 — общий объем анализируемого раствора, см^3;

V_2 — объем анализируемого раствора, взятый для определения, см^3;

m — масса навески экстракта, г.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,4 %, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОТНОСИТЕЛЬНОЙ ВЯЗКОСТИ

9.1. Аппаратура, посуда, реактивы и материалы

Для определения относительной вязкости применяют:

баню водяную с подогревом до 100 °С;

баню водяную для охлаждения;

термостат водяной, обеспечивающий температуру 20 °С—20,5 °С;

вискозиметр типа ВПЖ-4 с внутренним диаметром капилляра 1,12 мм по ГОСТ 10028;

ареометр по ГОСТ 18481;

термометр лабораторный;

секундомер механический;

стакан 6 или кружку 2 фарфоровые по ГОСТ 9147;

цилиндр 1 (3)—250 по ГОСТ 1770;

палочку стеклянную;

воронку стеклянную В-100—150 ХС по ГОСТ 25336;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709;

марлю по ГОСТ 11109, три куска размером 15 × 15 см.

9.2. Подготовка к испытанию

100—120 г экстракта взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в фарфоровый стакан, приливают (200 ± 5) см^3 горячей дистиллированной воды и растворяют на кипящей водяной бане, периодически помешивая пробу стеклянной палочкой. Стакан с экстрактом при растворении накрывают воронкой, узкой частью кверху. Затем раствор экстракта фильтруют через три слоя марли. Первые 30 см^3 фильтрата отбрасывают, остальные собирают в стакан, охлаждают на водяной бане до 20 °С и добавлением воды доводят плотность раствора до 1,110 г/см^3.

9.3. Проведение испытания

Вискозиметр, предварительно промытый и высушенный, заполняют анализируемым раствором, помещают в водяной термостат и выдерживают в нем не менее 10 мин для доведения температуры анализируемого раствора до 20,0 °С—20,5 °С. Затем определяют время истечения анализируемого раствора по ГОСТ 33. По окончании определения вискозиметр тщательно промывают горячей и холодной дистиллированной водой. Затем определяют время истечения дистиллированной воды так же, как и анализируемого раствора. Определение вязкости следует производить не более чем через 2 ч с момента приготовления анализируемого раствора.

Определение вязкости проводят в двух анализируемых растворах, приготовленных из двух отдельных навесок экстракта. Определение времени истечения анализируемого раствора проводят в четырех определениях, первое определение при вычислении результата не учитывают.

За время истечения анализируемого раствора принимают среднеарифметическое значение трех определений, отличающихся друг от друга не более чем на 0,5 с.

9.4. Обработка результатов

9.4.1. Относительную вязкость (X_{16}) вычисляют по формуле

$$X_{16} = \frac{t \cdot d}{t_0 \cdot d_0},$$

где t — время истечения анализируемого раствора, с;

d — плотность анализируемого раствора при 20 °С, г/см^3;

t_0 — время истечения воды, с;

d_0 — плотность воды при 20 °С, г/см^3.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает 2,5 при относительной вязкости до 40 и 3,0 при относительной вязкости выше 40, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Госкомлегпромом при Госплане СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

О.М. Ребрин, Р.А. Иванова, С.М. Гульдич

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 743

3. ВЗАМЕН ОСТ 17-532—75

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 33—2000	9.3	ГОСТ 6709—72	2.1; 4.1; 5.1; 7.1; 8.1; 9.1
ГОСТ 61—75	3.1	ГОСТ 9147—80	2.1; 3.1; 4.1; 6.1; 8.1; 9.1
ГОСТ 83—79	8.1	ГОСТ 10028—81	9.1
ГОСТ 450—77	2.1; 3.1; 4.1; 6.1; 8.1	ГОСТ 10398—76	8.1
ГОСТ 938.1—67	4.2.3	ГОСТ 10555—75	7.3.1
ГОСТ 938.2—67	6.2	ГОСТ 10652—73	8.1
ГОСТ 1277—75	3.1; 8.1	ГОСТ 11109—90	9.1
ГОСТ 1770—74	2.1; 3.1; 4.1; 7.1; 8.1; 9.1	ГОСТ 11293—89	4.1
ГОСТ 3118—77	3.1; 4.1; 7.1; 8.1	ГОСТ 12026—76	3.1; 4.1; 7.1; 8.1
ГОСТ 3760—79	8.1	ГОСТ 18481—81	9.1
ГОСТ 4108—72	4.1; 8.1	ГОСТ 21285—75	3.1
ГОСТ 4162—79	4.1	ГОСТ 24104—88	2.1; 4.1; 6.1
ГОСТ 4233—77	4.1; 8.1	ГОСТ 25336—82	2.1; 3.1; 4.1; 5.1; 6.1; 7.1; 8.1; 9.1
ГОСТ 4328—77	4.1	ГОСТ 27067—86	7.1
ГОСТ 4461—77	7.1	ГОСТ 29298—92	4.1
ГОСТ 4517—87	8.1	ОСТ 17-546—75	4.1
ГОСТ 4526—75	8.1	ТУ 6-09-4516—77	8.1
ГОСТ 5830—79	7.1	ТУ 6-09-5171—84	8.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Декабрь 2005 г.

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 29.11.2005. Подписано в печать 17.01.2006. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл.печ.л. 1,86. Уч.-изд.л. 1,40. Тираж 40 экз. Зак. 13. С 2348.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано и отпечатано во ФГУП «Стандартинформ».

gost.e-ecolog.ru