
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

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

© Стандартиформ, 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

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 кислотного 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 серноокислый 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 серноокислый 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 этилендиамина -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

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 фильтр: 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 см³ и 500 см³ по ГОСТ 25336.

Колбы мерные вместимостью 200 см³ и 1000 см³ по ГОСТ 1770.

Цилиндр измерительный вместимостью 10 см³ по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные вместимостью 5, 10, 25 и 50 см³ по ГОСТ 29227.

Бюретка вместимостью 10 и 50 см³ 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 этилендиамина -N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, х.ч., водный раствор концентрации 0,05 моль/дм³ (0,05 М).

Цинк сернокислый 7-водный по ГОСТ 4174, х.ч. раствор концентрацией 0,05 моль/дм³ (0,05 М).

Магний сернокислый по ГОСТ 4523, х.ч. раствор концентрацией 0,05 моль/дм³ (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 см³ раствора аммиака массовой долей 25 % и доводят объем раствора до 500 см³ 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 см³ аммиачного буферного раствора и доводят объем раствора до 100 см³ 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 см³ дистиллированной воды и доводят объем раствора до 100 см³ спиртом.

4.2.2.4 Раствор тропеолина ОО массовой долей 0,1 % готовят следующим образом: 0,1 г тропеолина ОО растворяют в 50 см³ дистиллированной воды и доводят объем раствора до 100 см³ дистиллированной водой.

4.2.2.5 Растворы сернистого магния концентрацией 0,05 моль/дм³ готовят из фиксанала (0,1 н.). При отсутствии фиксанала для приготовления раствора отвешивают 12,3250 г магния сернистого 7-водного и растворяют в 1 дм³ дистиллированной воды (0,05 М раствор). При расчетах учитывают поправку приведения раствора сернистого магния к точно 0,05 М.

4.2.2.6 Раствор сернистого цинка концентрацией 0,05 моль/дм³ готовят следующим образом: 14,38 г сернистого цинка 7-водного растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до 1 дм³ дистиллированной водой.

При неполном растворении сернистого цинка раствор фильтруют.

4.2.2.7 Раствор трилона Б концентрацией 0,05 моль/дм³ готовят следующим образом: 18,62 г трилона Б растворяют в 100—500 см³ горячей кипяченой дистиллированной воды. После охлаждения доводят объем раствора холодной кипяченой дистиллированной водой до 1 дм³.

Раствор трилона Б хранят в полиэтиленовых или парафинированных изнутри стеклянных сосудах. Поправку для приведения концентрации трилона Б к точно 0,05 моль/дм³ устанавливают следующим образом: к 50 см³ 0,05 моль/дм³ раствора сернистого магния прибавляют 5 см³ свежеприготовленного аммиачного буферного раствора, 5—7 капель раствора кислотного хромового темно-синего и 50 см³ 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/дм³ вычисляют по формуле

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

где V — объем раствора трилона Б концентрацией 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование 5,00 см³ 0,05 М раствора сернистого магния, см³.

4.2.2.8 Относительную концентрацию раствора сернистого цинка по раствору трилона Б определяют следующим образом: 10,00 см³ раствора трилона Б концентрацией 0,05 моль/дм³ помещают в колбу для титрования, прибавляют 40 см³ дистиллированной воды и нагревают до кипения. К горячему раствору прибавляют 1 см³ раствора ксиленолового оранжевого, уротропин (до pH = 5,5) и титруют раствором сернистого цинка концентрацией 0,05 моль/дм³ до перехода желтой окраски в малиново-красную.

Относительную концентрацию раствора сернистого цинка по раствору трилона Б a вычисляют по формуле

$$a = \frac{V_1}{V_2} \quad (2)$$

где V_1 — объем раствора трилона Б концентрацией 0,05 моль/дм³, см³;

V_2 — объем раствора сернистого цинка концентрацией 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³.

4.2.2.9 Окислительную смесь для сжигания кожаной ткани готовят следующим образом: к 100 см³ раствора хлорной кислоты массовой долей 40 % приливают 35 см³ концентрированной серной кислоты и охлаждают.

4.3 Проведение испытания

4.3.1 Определение массовой доли алюминия в отсутствие в кожаной ткани соединений хрома

Навеску измельченной кожаной ткани массой 0,5—0,6 г взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г, помещают в плоскодонную колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 20 см³ окислительной смеси, 10 см³ азотной кислоты или 6,0—6,5 г хлорнокислого калия, 10 см³ азотной кислоты и 12 см³ 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 см³ азотной кислоты и

продолжают нагревать до получения прозрачного раствора. Раствор охлаждают, затем осторожно прибавляют 70 см³ дистиллированной воды и количественно (без потерь) переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

Из полученного раствора отбирают пипеткой 50,00 см³, помещают в коническую колбу, прибавляют 5,00 см³ 0,05 М раствора трилона Б и кипятят 2 мин. Раствор охлаждают, прибавляют 5—6 капель раствора тропеолина ОО и нейтрализуют из бюретки раствором гидроксида натрия массовой долей 10 % до перехода красной окраски в желтую. Затем добавляют 1 г уротропина, 1 см³ раствора ксиленолового оранжевого. Избыток трилона Б титруют раствором сернистого цинка концентрацией 0,05 моль/дм³ до перехода темно-желтой окраски раствора в малиново-красную.

4.3.2 Определение массовой доли алюминия при совместном присутствии алюминия и хрома в кожаной ткани

Навеску измельченной кожаной ткани массой 0,5—0,6 г взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г, сжигают, как указано в 4.3.1. При сжигании кожаной 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 см³ дистиллированной воды, 15 см³ 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 см³. 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 см³, 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 кожаной 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 см³ раствора трилона Б концентрацией точно 0,005 моль/дм³, г;

k — поправка к раствору трилона Б концентрацией 0,05 моль/дм³;

V_3 — объем раствора трилона Б концентрацией 0,05 моль/дм³, взятый для анализа, см³;

V_4 — объем раствора сернистого цинка концентрацией 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование избытка трилона Б, см³;

a — относительная концентрация раствора сернистого цинка по раствору трилона Б, определяемая, как указано в 4.2.2.8;

m — масса навески кожаной 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: кожная 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 $\frac{1}{2}$. 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.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 8.