

ГОСТ 9213—77

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**ШКУРКИ МЕХОВЫЕ
И ОВЧИНА ШУБНАЯ**

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ АЛЮМИНИЯ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ШКУРКИ МЕХОВЫЕ И ОВЧИНА ШУБНАЯ**Метод определения содержания алюминия****ГОСТ
9213—77**Fur skins and fur coat sheepskin.
Method of determination of aluminium content

ОКСТУ 8909

Дата введения **01.07.78**

Настоящий стандарт распространяется на выделанные меховые шкурки, невыделанные меховые шкурки и шубную овчину кислотно-солевого консервирования и устанавливает метод определения алюминия в кожаной ткани.

1. МЕТОД ОТБОРА ОБРАЗЦОВ

1.1. Отбор образцов — по ГОСТ 9209.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

2.1. Для проведения анализа должны применяться:

- весы аналитические типа ВЛА-200г-М или другие с той же погрешностью взвешивания;
- весы технические типа ВТ2—200 или другие с той же погрешностью взвешивания;
- плитка электрическая по ГОСТ 14919;
- колба плоскодонная вместимостью 250 см³ по ГОСТ 25336;
- колба коническая вместимостью 250 и 500 см³ по ГОСТ 25336;
- колба мерная вместимостью 200 и 1000 см³ по ГОСТ 1770;
- цилиндр измерительный вместимостью 10 см³ по ГОСТ 1770;
- пипетка вместимостью 5, 10 и 50 см³ по НТД;
- бюретка вместимостью 10 и 50 см³ по НТД;
- воронка стеклянная по ГОСТ 25336;
- фильтры среднефильтрующие;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;
- аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей аммиака 28—25% и раствор 1 : 1;
- кислота азотная по ГОСТ 4461, концентрированная;
- кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная и раствор 1:3;
- кислота хлорная, раствор с массовой долей хлорной кислоты 40%;
- калий хлорнокислый;
- кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1 : 1;
- марганца (IV) окись по ГОСТ 4470;
- аммоний хлористый по ГОСТ 3773;
- магний сернокислый по ГОСТ 4523, х. ч.;
- соль динатриевая этилендиамина-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652;
- цинк сернокислый по ГОСТ 4174;



С. 2 ГОСТ 9213—77

натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей гидроокиси натрия 10%;
уротропин фармакопейный, сухой;
кислотный хромовый темно-синий индикатор;
ксиленоловый оранжевый индикатор;
тропеолин ОО индикатор, раствор с массовой долей тропеолина 0,1%;
бумага индикаторная универсальная.
(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

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

3.2. Допускается использовать навеску кожной ткани после определения в ней содержания влаги.

3.3. Аммиачный буферный раствор готовят следующим образом: 10 г хлористого аммония растворяют в дистиллированной воде, прибавляют 50 см³ раствора аммиака с массовой долей 28—25% и доводят объем раствора до 500 см³ дистиллированной водой.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4. Приготовление растворов индикаторов

3.4.1. Раствор кислотного хромового темно-синего с массовой долей 0,5% готовят следующим образом: 0,5 г кислотного хромового темно-синего индикатора растворяют в 10—20 см³ аммиачного буферного раствора и доводят объем раствора до 100 см³ спиртом.

3.4.2. Раствор ксиленолового оранжевого с 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.

3.5. Растворы серноокислого магния концентрации 0,01 или 0,1 моль/дм³ готовят из фиксанала. При отсутствии фиксанала для приготовления раствора концентрации 0,1 моль/дм³ отвешивают 12,3250 г магния серноокислого.

3.6. Раствор серноокислого цинка концентрации 0,05 моль/дм³ готовят следующим образом: 14,38 г серноокислого цинка растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора в мерной колбе до 1 дм³ дистиллированной водой. При неполном растворении серноокислого цинка раствор фильтруют.

3.7. Раствор трилона Б концентрации 0,05 моль/дм³ готовят следующим образом: 18,62 г трилона Б растворяют в 100—150 см³ горячей кипяченой дистиллированной воды. После охлаждения объем раствора доводят в мерной колбе до 1 дм³ холодной кипяченой водой.

Раствор трилона Б сохраняют в полиэтиленовых или парафинированных изнутри стеклянных сосудах.

Поправку для приведения раствора трилона Б к раствору концентрации точно 0,05 моль/дм³ устанавливают следующим образом: к 50 см³ раствора серноокислого магния концентрации точно 0,01 моль/дм³ или 5 см³ раствора серноокислого магния концентрации точно 0,1 моль/дм³ 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 раствором трилона Б до перехода винно-красной окраски раствора в синюю.

Поправку (K) для приведения концентрации раствора трилона Б к концентрации точно 0,05 моль/дм³ вычисляют по формуле

$$K = \frac{5}{V},$$

где V — объем раствора трилона Б концентрации 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование 50 см³ раствора серноокислого магния концентрации 0,01 моль/дм³ или 5 см³ раствора серноокислого магния концентрации 0,1 моль/дм³, см³.

Если раствор серноокислого магния готовят не из фиксанала, количество миллилитров раствора серноокислого магния надо умножить на его поправку.

3.8. Относительную концентрацию раствора серноокислого цинка по раствору трилона Б определяют следующим образом: 10 см³ раствора трилона Б концентрации 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 рН 5,5) и титруют раствором серноокислого цинка концентрации 0,05 моль/дм³ до перехода желтой окраски раствора в малиново-красную.

Относительную концентрацию раствора сернокислого цинка по раствору трилона Б (a) вычисляют по формуле

$$a = \frac{V_1}{V_2},$$

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

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

3.9. В качестве окислительной смеси применяют смесь следующего состава: 100 см³ раствора хлорной кислоты с массовой долей 40% и 35 см³ концентрированной серной кислоты.

3.4.1—3.9. (Измененная редакция, Изм. №2).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску измельченной кожаной ткани массой 1,0—1,5 г взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г, помещают в плоскодонную колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 20 см³ окислительной смеси, приготовленной, как указано в п. 3.9, и 8 см³ азотной кислоты или 6,0—6,5 г хлорнокислого калия, 8 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.

4.2. Раствор охлаждают, затем осторожно прибавляют 70 см³ дистиллированной воды и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

4.3. Из полученного раствора отбирают пипеткой 50 см³, помещают в коническую колбу, прибавляют 5 см³ раствора трилона Б концентрации 0,05 моль/дм³ и кипятят 2 мин.

Раствор охлаждают, прибавляют 5—6 капель раствора тропеолина ОО и нейтрализуют из бюретки раствором гидроокиси натрия с массовой долей 10% до перехода красной окраски раствора в желтую. Затем прибавляют 1 г уротропина, 1 см³ раствора ксиленолового оранжевого. Избыток трилона Б титруют раствором сернокислого цинка концентрации 0,05 моль/дм³ до перехода темно-желтой окраски раствора в малиново-красную.

(Измененная редакция, Изм. №2).

4.4. При совместном присутствии алюминия и хрома в кожаной ткани содержание алюминия определяют после разделения этих элементов.

4.4.1. Навеску измельченной кожаной ткани массой 1,0—1,5 г взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г, сжигают, как указано в п. 4.1, в присутствии 0,05 г окиси марганца (IV). 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, 5 см³ соляной кислоты (1:1), тщательно перемешивают и нагревают до полного растворения бурого осадка окиси марганца и получения прозрачного раствора желтого цвета.

4.4.2. К раствору прибавляют 15 см³ раствора аммиака с массовой долей 28—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 дистиллированной водой. Фильтрат и промывные воды собирают вместе, раствор может быть использован для определения содержания хрома.

4.4.1, 4.4.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4.3. 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, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят

С. 4 ГОСТ 9213—77

объем раствора до метки дистиллированной водой и проводят определение содержания алюминия, как указано в п. 4.3.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю алюминия в кожной ткани (X) в процентах в пересчете на окись алюминия вычисляют по формуле

$$X = \frac{0,002549 \cdot K (V_3 - V_4 \cdot a) \cdot 200 \cdot 100}{50 m},$$

где 0,002549 — масса окиси алюминия, соответствующая 1 см³ раствора трилона Б концентрации точно 0,05 моль/дм³, г;

K — поправка к раствору трилона Б концентрации 0,05 моль/дм³;

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

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

a — относительная концентрация раствора сернокислого цинка по раствору трилона Б, определяемая, как указано в п. 3.8;

m — масса навески кожной ткани, г.

(Измененная редакция, Изм. №1, 2).

5.2. Результат каждого определения подсчитывают с точностью до второго десятичного знака.

Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 0,10%.

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

5.4. Пересчет результатов анализа на абсолютно сухое вещество — по ГОСТ 938.1

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН Министерством легкой промышленности СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 25.11.77 № 2757
3. ВЗАМЕН ГОСТ 9213—59 в части пп. 1, 2, 3, 4
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта |
|---|--------------|
| ГОСТ 938.1—67 | 5.4 |
| ГОСТ 1770—74 | 2.1 |
| ГОСТ 3118—77 | 2.1 |
| ГОСТ 3760—79 | 2.1 |
| ГОСТ 3773—72 | 2.1 |
| ГОСТ 4174—77 | 2.1 |
| ГОСТ 4204—77 | 2.1 |
| ГОСТ 4328—77 | 2.1 |
| ГОСТ 4461—77 | 2.1 |
| ГОСТ 4470—79 | 2.1 |
| ГОСТ 4523—77 | 2.1 |
| ГОСТ 6709—72 | 2.1 |
| ГОСТ 9209—77 | 1.1, 3.1 |
| ГОСТ 10652—73 | 2.1 |
| ГОСТ 14919—83 | 2.1 |
| ГОСТ 18300—87 | 2.1 |
| ГОСТ 25336—82 | 2.1 |

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)
6. ИЗДАНИЕ (март 2002 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в августе 1982 г., декабре 1987 г. (ИУС 12—82, 2—88)

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 05.06.2002. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,52.
Тираж 48 экз. С 6132. Зак. 211.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов