
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
33295—
2015

ШКУРКИ МЕХОВЫЕ И ОВЧИНЫ

Методы определения массовой доли алюминия

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2016

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 412 «Текстиль», Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (ОАО «ВНИИС»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 мая 2015 г. № 77-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 5 августа 2015 г. № 1097-ст ГОСТ 33295—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 53014—2008 «Шкурки меховые и овчины. Методы определения массовой доли алюминия»*

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном 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

* Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 5 августа 2015 г. № 1097-ст ГОСТ Р 53014—2008 отменен с 1 июля 2016 г.

В Российской Федерации 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 — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на выделанные меховые шкурки, овчину и меховые изделия из них, невыделанные овчины кислотно-солевого консервирования и устанавливает методы определения массовой доли алюминия в кожаной ткани.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) 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 сернокислый 7-водный. Технические условия
 ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
 ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
 ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
 ГОСТ 4523—77 Реактивы. Магний сернокислый 7-водный. 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 16504—81 Система государственных испытаний продукции. Испытания и контроль качества продукции. Основные термины и определения
 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
 ГОСТ 32077—2013 Шкурки меховые и овчины выделанные. Правила приемки, методы отбора образцов и подготовка их для контроля

П р и м е ч а н и е — 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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный 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 смеси к массе смеси.

3.2 **фильтрат:** Жидкость, очищенная от твердых частиц после прохода через пористую перегородку.

4 Методы определения массовой доли алюминия

4.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные.

Колбы конические вместимостью 250 и 500 см³ по ГОСТ 25336.

Колбы мерные вместимостью 200 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 29251.

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.

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 образцов

Отбор образцов и подготовку их к испытанию проводят в соответствии с ГОСТ 32077.

4.2.2 Приготовление растворов для испытания

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

$$X = \frac{0,002549 \cdot k(V_3 - V_4 - a) \cdot 200 \cdot 100}{50m}, \quad (3)$$

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 испытания, см³;

V_4 — объем раствора сернокислого цинка концентрацией 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 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 испытания принимают среднееарифметическое результатов двух параллельных определений и округляют до первого десятичного знака.

Пересчет результата на абсолютно сухую массу проводят умножением на коэффициент K для перевода результата на абсолютно сухую массу, вычисляемый по формуле

$$K = \frac{100}{100 - W}, \quad (4)$$

где K — коэффициент для перевода результата испытания на абсолютно сухую массу;

W — массовая доля содержания влаги в испытуемом образце, %.

УДК 675.621:006.354

МКС 59.140.30

Ключевые слова: шкурки меховые, овчины, кожаная ткань, фильтрат, навеска, буферный раствор, массовая доля, алюминий, индикатор, переход окраски, окислительная смесь

Редактор *И.В. Гоголь*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 14.12.2015. Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60×84 $\frac{1}{8}$ Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,65. Тираж 30 экз. Зак. 261.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru