

КОЖА

ГОСТ
938.3—77**Метод определения содержания окиси хрома**

Leather. Methods of determination of chrome oxide content

Взамен
ГОСТ 938.3—67МКС 59.140.30
ОКСТУ 8609

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 18 мая 1977 г. № 1240 data введение установлено.

с 01.07.78

Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

Настоящий стандарт распространяется на кожи всех видов и устанавливает метод определения содержания хрома в пересчете на окись хрома.

Сущность метода заключается в окислении трехвалентного хрома в шестивалентный в золе кожи или непосредственно в коже с последующим йодометрическим определением содержания хрома.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Пробу для испытания отбирают по ГОСТ 938.0—75.

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения испытания применяют:

шкаф электрический сушильный с терморегулятором для нагрева до 150 °C;

весы марки ВЛР-200 2-го класса или другие, обеспечивающие аналогичную точность взвешивания по ГОСТ 24104—88*;

плитку электрическую;

тигли фарфоровые по ГОСТ 9147—80;

стаканы стеклянные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 250 см³;

печь муфельную;

вороны стеклянные по ГОСТ 25336—82;

колбы конические по ГОСТ 25336—82 вместимостью 250, 300, 500 см³;колбы Кельдаля по ГОСТ 25336—82 вместимостью 200 см³;колбу мерную по ГОСТ 1770—74, вместимостью 250 см³;пипетку по ГОСТ 29169—91, вместимостью 50 см³;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

калий йодистый по ГОСТ 4232—74, раствор с массовой долей 15 %;

натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат 5-водный $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) по ГОСТ 27068—86 0,1 моль/дм³ (0,1 н.);

крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор с массовой долей 1 %;

окись магния по ГОСТ 4526—75;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79;

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

С. 2 ГОСТ 938.3—77

калий углекислый (поташ) по ГОСТ 4221—76;
смесь Эшка по ТУ 6-09-4516—77 или приготовленную следующим образом: одну весовую часть углекислого натрия и одну весовую часть углекислого калия растирают в ступке, смешивают с двумя весовыми частями окиси магния и подсушивают в течение 30 мин в сушильном шкафу при температуре (102 ± 2) °C;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77 и раствор 1:2;
кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и раствор 1:1;
кислоту хлорную, раствор с массовой долей 40—60 %;
калий хлорнокислый;
йодкрахмальную бумагу, индикатор;
кислоту азотную по ГОСТ 4461—77, плотностью 1,3 г/см³;
калий марганцовокислый (1/5 KMnO₄) по ГОСТ 20490—75 0,1 моль/дм³ (0,1 н.).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Метод сплавления

3.1.1. Навеску кожи массой 1—3 г взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, озолят по ГОСТ 938.2—67, тщательно смешивают в тигле с 3—4 г смеси Эшка платиновой проволокой или тонкой стеклянной палочкой. Сверху насыпают слой той же смеси. Тигель помещают в холодную муфельную печь и постепенно повышают температуру до 800 °C. Окисление считают законченным, если в тигле сплав стал желтым и отстает от стенок тигля.

Тигель со сплавом охлаждают и помещают в стакан, приливают 100—150 см³ кипящей дистиллированной воды и нагревают до полного извлечения сплава из тигля и растворения хромата. Тигель вынимают из стакана, ополаскивают дистиллированной водой, воду сливают в тот же стакан. Содержимое стакана фильтруют, фильтрат собирают в коническую колбу вместимостью 500 см³. Фильтр с осадком промывают горячей дистиллированной водой до получения бесцветных промывных вод. Если на фильтре обнаружены темные частички неокислившейся окиси хрома, фильтр подсушивают, помещают в тигель, сжигают и снова окисляют, но уже с меньшим количеством смеси Эшка. Сплав обрабатывают горячей дистиллированной водой, раствор фильтруют. Фильтр промывают, как указано выше, фильтрат и промывные воды сливают в колбу с первым фильтратом.

Фильтрат, соединенный с промывными водами, осторожно нейтрализуют концентрированной соляной кислотой (или серной кислотой 1:2) до перехода желтого цвета в оранжевый и добавляют еще 5 см³ кислоты. Раствор в колбе охлаждают до комнатной температуры, приливают 100 см³ дистиллированной воды и 20 см³ раствора йодистого калия с массовой долей 15 %. Колбу закрывают пробкой, раствор перемешивают и 10 мин выдерживают в темном месте. После этого раствор снова перемешивают и титруют раствором тиосульфата натрия до светло-зеленого цвета в присутствии приблизительно 5 см³ раствора крахмала с массовой долей 1 %.

Перед титрованием стенки колбы и пробку обмывают дистиллированной водой, промывные воды собирают в колбу с раствором.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.1.2. Для хромовых кож при массе навески более 2 г раствор сплава фильтруют в мерную колбу вместимостью 250 см³, охлаждают и доводят дистиллированной водой до метки, отбирают пипеткой 50 см³, нейтрализуют, как указано выше.

3.1.3. Параллельно при тех же условиях, но без озоленной навески кожи, проводят контрольный опыт.

3.2. Метод окисления хлорной кислотой

3.2.1. Навеску кожи массой 1—2 г взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, озолят по ГОСТ 938.2—67 и количественно переносят из тигля в термостойкую коническую колбу вместимостью 250—300 см³, тигель промывают 5 см³ концентрированной серной кислоты, а затем 10 см³ хлорной кислоты, которые сливают в колбу с золой. Содержимое колбы кипятят на слабом пламени газовой горелки или на электрической плите с асбестовой сеткой, при этом зола растворяется, хром окисляется и раствор приобретает оранжевую окраску.

После этого раствор кипятят еще 2 мин, затем охлаждают и осторожно разбавляют дистиллированной водой до 200 см³. Раствор снова кипятят 7—10 мин до удаления хлора (проба на отсутствие хлора по йодкрахмальной бумаге).

Охлаждают раствор, приливают 20 см³ раствора йодистого калия с массовой долей 15 % и титруют, как указано в п. 3.1.

3.2.2. Окисление хрома можно производить и без озоления навески кожи.

При этом навеску кожи массой 1—2 г, взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в коническую колбу или колбу Кельдаля, добавляют 6 г хлорнокислого калия, 8 см³ азотной кислоты и 12 см³ концентрированной серной кислоты. Колбу с содержимым нагревают, не допуская бурного разложения навески и преждевременного выпаривания азотной кислоты. Колбу Кельдаля при разложении навески ставят наклонно. Кипятят образовавшийся раствор до полного исчезновения окислов азота и перехода зеленой окраски в оранжевую. После этого раствор кипятят еще 3 мин, периодически осторожно встряхивая колбу. Если раствор имеет зеленый, бурый цвет или содержит кусочки обугленных органических веществ, снова добавляют 3 см³ азотной кислоты и нагревают раствор до исчезновения обугленных частиц и появления оранжевой окраски. Охлаждают раствор и количественно переносят его в коническую колбу, ополаскивая колбу Кельдаля 70—80 см³ дистиллированной воды. К раствору приливают 10—15 см³ 0,1 н. раствора марганцовокислого калия и кипятят 1 мин. Затем раствор охлаждают, приливают 5 см³ соляной кислоты (1:1), перемешивают до полного растворения бурого осадка двуокиси марганца и приобретения раствором оранжевого цвета. Приливают в колбу 150 см³ дистиллированной воды, вносят несколько кусочков фарфора или капилляров и кипятят в течение 15 мин (проба на отсутствие хлора по йодкрахмальной бумаге). Раствор охлаждают и определяют содержание хрома йодометрически.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю окиси хрома (X_x) в процентах вычисляют по формуле

$$X_x = \frac{(V - V_1) \cdot 0,00253 \cdot 100}{m},$$

где V — объем 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

V_1 — объем 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, израсходованный на контрольный опыт, см³;

m — масса навески кожи, г;

0,00253 — количество окиси хрома, соответствующее 1 см³ точно 0,1 н. раствора тиосульфата натрия.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2 %.

Результат определения подсчитывают с точностью до второго десятичного знака. Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

4.3. Пересчет результатов анализа на абсолютную сухую кожу или кожу с условным содержанием влаги производят по ГОСТ 938.1—67.