



Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т
С О Ю З А С С Р

**ШКУРКИ МЕХОВЫЕ И ОВЧИНА
ШУБНАЯ ВЫДЕЛАННЫЕ**

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ОКИСИ ХРОМА

ГОСТ 9212—77

Издание официальное

БЗ 8-97

**ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
М о с к в а**

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**ШКУРКИ МЕХОВЫЕ И ОВЧИНА ШУБНАЯ
ВЫДЕЛАННЫЕ****Методы определения содержания окиси хрома****ГОСТ
9212-77**Fur skins and fur coat. Methods of determination
of oxide chrome content

ОКСТУ 8909

Дата введения 01.07.78

Настоящий стандарт распространяется на выделанные меховые шкурки и шубную овчину и устанавливает методы определения окиси хрома в кожевой ткани сплавлением в золе с окислительной смесью, окислением хлорной кислотой и фотоколориметрическим методом.

1. МЕТОД ОТБОРА ОБРАЗЦОВ

1.1. Отбор образцов — по ГОСТ 9209.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения анализа должны применяться:

электропечь муфельная лабораторная типа МП-2УМ или другая с нагревом до 1000 °С;
 плитки электрические по ГОСТ 14919;
 весы лабораторные по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 0,1 мг или другие с аналогичной метрологической характеристикой;
 колориметр фотоэлектрический лабораторный;
 тигли фарфоровые низкие по ГОСТ 9147;
 ступка фарфоровая по ГОСТ 9147;
 воронки стеклянные по ГОСТ 25336;
 колбы плоскодонные круглые вместимостью 250 и 500 см³ по ГОСТ 25336;
 колбы конические вместимостью 100 и 500 см³ по ГОСТ 25336;
 стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 500 см³ по ГОСТ 25336;
 бюретка вместимостью 25 см³ по ГОСТ 29251;
 пипетка вместимостью 25 см³ по ГОСТ 29227;
 цилиндры вместимостью 25 см³ по ГОСТ 1770;
 колбы мерные вместимостью 100 см³ по ГОСТ 1770;
 вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
 натрий углекислый безводный по ГОСТ 83;
 калий углекислый по ГОСТ 4221;
 окись магния по ГОСТ 4526;
 кислота серная по ГОСТ 4204;
 калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор массовой долей йодистого калия 10 %;
 натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068, раствор концентрации $c(Na_2S_2O_3)=0,1$ моль/дм³ (0,1 н. раствор);
 крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор массовой долей крахмала 0,5 %;
 калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, раствор концентрации $c(K_2Cr_2O_7)=0,1$ моль/дм³ (0,1 н. раствор);

Издание официальное

★

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1977
 © ИПК Издательство стандартов, 1998
 Переиздание с Изменениями

кислота щавелевая, раствор массовой долей щавелевой кислоты 4,5 %;
кислота азотная по ГОСТ 4461, концентрированная;
кислота хлорная, раствор массовой долей хлорной кислоты 40 %;
перекись водорода по ГОСТ 177;
калий хлорнокислый;
бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026 или фильтры медленнофильтрующие с синей лентой;
бумага йодокрахмальная по ГОСТ 4517;
палочки стеклянные;
стекла часовые;
тольевой порошок нехромированный или кожевая ткань недубленая.
(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

- 3.1. Подготовка пробы кожевой ткани к анализу — по ГОСТ 9209.
- 3.2. Анализ производится по двум параллельным определениям.
- 3.3. Для окисления хрома в золе готовят окислительную смесь следующего состава: одна часть безводного углекислого натрия, одна часть углекислого калия и две части окиси магния. Реактивы смешивают и осторожно растирают в ступке до полной однородности массы.
- 3.4. Для сжигания навески без озоления готовят смесь кислот следующего состава: 100 см³ хлорной кислоты с массовой долей 40 % и 35 см³ концентрированной серной кислоты.
(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

- 4.1. Метод сплавления
4.1.1. Навеску измельченной кожевой ткани массой 2,0—2,5 г взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г, помещают в тигель и изолят по ГОСТ 17631. Полученную золу тщательно перемешивают в тигле стеклянной палочкой с окислительной смесью, взятой в количестве, равной массе навески кожевой ткани. Допускается использовать золу, полученную при определении содержания золы по ГОСТ 17631.
Тигель ставят в слабо нагретую муфельную печь и температуру печи постепенно повышают до 800 °С. Содержимое тигля сплавляют 4—8 ч до приобретения желтого цвета.
По окончании сплавления тигель со сплавом охлаждают, помещают в химический стакан, обрабатывают 100—150 мл горячей дистиллированной воды и нагревают до полного растворения сплава.
Раствор фильтруют в плоскодонную колбу вместимостью 500 см³. Стакан, тигель и фильтр хорошо промывают горячей дистиллированной водой и промывные воды присоединяют к фильтрату. Раствор охлаждают до комнатной температуры.
4.1.2. Если на фильтре будут обнаружены темные частицы, указывающие на неполное окисление хрома, то фильтр подсушивают, помещают в тигель, сжигают, добавляют окислительную смесь, сплавляют и растворяют сплав, как указано в п. 4.1.1.
Оксилительной смеси в этом случае берут 1,0—1,2 г. Полученный раствор фильтруют, присоединяют к первому фильтрату и охлаждают до комнатной температуры.
Для окисления хромата в бихромат прибавляют концентрированную серную кислоту до тех пор, пока цвет раствора из желтого перейдет в оранжевый, после чего прибавляют еще 20 см³ серной кислоты, разбавленной в отношении 1:4.
4.1.3. К полученному раствору прибавляют 20 см³ раствора йодистого калия массовой долей 10 %. Колбу с содержимым закрывают часовым стеклом и выдерживают в темноте 5—7 мин, затем взбалтывают и титруют раствором тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/дм³ до тех пор, пока окраска раствора не станет слабо-желтой. Затем прибавляют 5 см³ раствора крахмала с массовой долей 0,5 % и продолжают титровать до исчезновения синей окраски раствора.
4.1.4. Для проверки применяемых реактивов на чистоту ставят контрольный опыт. Смешивают такие же количества серной кислоты и йодистого калия, которые расходуются на проведение анализа, и прибавляют 5 см³ раствора крахмала массовой долей 0,5 %.

Окрашивание раствора в синий цвет показывает, что реагенты недостаточно чисты. В этом случае определяют количество раствором тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/дм³ необходимое для реакции с выделившимся в контрольном опыте йодом.

4.1.3, 4.1.4. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. Метод окисления хлорной кислотой

4.2.1. Навеску измельченной кожевой ткани массой около 1 г взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г, помещают в колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 8 см³ азотной кислоты и 20 см³ смеси кислот, приготовленной, как указано в п. 3.4, или 6 г хлорнокислого калия, 8 см³ азотной кислоты и 12 см³ концентрированной серной кислоты. Допускается использовать навеску кожевой ткани после определения в ней влаги.

Содержимое колбы перемешивают и нагревают на электрической плитке в вытяжном шкафу. Вначале поддерживают слабое кипение, затем нагревание усиливают и продолжают его до полного исчезновения бурых паров окислов азота и перехода зеленого цвета раствора в оранжевый.

С момента появления оранжевой окраски раствора, указывающей на окисление трехвалентного хрома в шестивалентный, поддерживают кипение еще 2—3 мин. Полученный раствор после окисления должен иметь оранжевую окраску.

Раствор охлаждают и переносят в коническую колбу вместимостью 500 см³. Колбу, в которой проводилось сжигание, промывают 100 см³ дистиллированной воды и промывные воды присоединяют к раствору.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.2.2. (Исключен, Изм. № 3).

4.2.3. В горлышко колбы вставляют воронку и отгоняют хлор кипячением в течение 3 мин до исчезновения синей окраски при пробе на йодкрахмальную бумагу.

Раствор охлаждают, прибавляют 10 см³ серной кислоты, разбавленной в отношении 1:4, или соляной кислоты, разбавленной в отношении 1:1, и определяют содержание хрома, как указано в п. 4.1.3.

4.3. Фотоколориметрический метод

4.3.1. Для приготовления стандартных растворов в круглые плоскодонные колбы вместимостью 250 см³ отмеривают последовательно из бюретки 2,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0, 30,0 и 35,0 см³ точно раствора двухромовокислого калия концентрации 0,1 моль/дм³.

В каждую колбу прибавляют по 25 см³ раствора щавелевой кислоты массовой долей 4,5 % и по 1/10 части раствора недубленой кожевой ткани или нехромированного гольевого порошка. Раствор готовят из 20 г недубленой кожевой ткани или нехромированного гольевого порошка, к которым прибавляют 300 см³ перекиси водорода или 160 см³ азотной кислоты и 400 см³ смеси кислот, приготовленной, как указано в п. 3.4, осторожно нагревают при взбалтывании до растворения. Раствор, приготовленный с перекисью водорода, фильтруют.

Содержимое колб кипятят в течение 4—5 мин, переносят в мерные колбы вместимостью 250 см³, колбы дважды промывают и промывные воды присоединяют к соответствующим растворам в мерных колбах. Растворы охлаждают, доводят дистиллированной водой до метки и хорошо перемешивают. Растворы должны быть прозрачными.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3.2. Измеряют оптическую плотность серии стандартных растворов. Настройку прибора и измерение оптической плотности производят с контрольным раствором, при этом используют нейтральный светофильтр № 0 и кювету с толщиной рабочего слоя 30 мм.

4.3.3. Контрольный раствор готовят одновременно и аналогично стандартным растворам, но без добавления раствора двухромовокислого калия или берут 2,9 г недубленой кожевой ткани или нехромированного гольевого порошка, прибавляют 40 см³ перекиси водорода или 8 см³ азотной кислоты и 20 см³ смеси кислот, приготовленной, как указано в п. 3.4. Раствор нагревают до растворения.

Прибавляют 65 см³ раствора щавелевой кислоты массовой долей 4,5 % и кипятят в течение 4—5 мин. Затем раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ и доводят дистиллированной водой до метки.

4.3.4. По данным измерения оптической плотности стандартных растворов строят градирочную кривую, откладывая по оси ординат показания прибора, по оси абсцисс — концентрацию окиси хрома в граммах на кубический десиметр.

4.3.3, 4.3.4. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3.5. Навеску измельченной кожевой ткани массой около 1 г взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г, помещают в круглую плоскодонную колбу вместимостью 250 см³. Прибавляют 15—20 см³ перекиси водорода или 8 см³ азотной кислоты и 20 см³ смеси кислот, приготовленной, как указано в п. 3.4, осторожно при взбалтывании нагревают до полного растворения.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.3.6. К раствору прибавляют 25 см³ раствора щавелевой кислоты массовой долей 4,5 % и кипятят в течение 4—5 мин.

Содержимое колбы охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Колбу дважды промывают дистиллированной водой и промывные воды присоединяют к раствору в мерной колбе.

Раствор доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают, фильтруют через складчатый фильтр в сухую колбу и измеряют оптическую плотность.

По градуировочной кривой находят концентрацию окиси хрома в граммах на кубический десиметр.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. При определении хрома методом сплавления или окисления хлорной кислотой массовую долю хрома в пересчете на окись хрома $X, \%$, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 0,00253 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, за вычетом израсходованного при контрольном опыте по п. 4.1.4, см³;

K — поправка к раствору тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/дм³;

0,00253 — масса окиси хрома, соответствующая 1 см³ раствора тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/дм³;

m — масса навески кожевой ткани, г.

5.2. При определении хрома фотоколориметрическим методом массовую долю хрома в пересчете на окись хрома $X_1, \%$, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{a \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где a — концентрация окиси хрома на градуированной кривой, г/дм³;

m — масса навески кожевой ткани, г.

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5.3. Результат каждого определения подсчитывается с точностью до второго десятичного знака. Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 0,10 % — при содержании окиси хрома до 2,00 % и 0,20 % — при содержании окиси хрома более 2,00 %.

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

5.5. Пересчет результатов испытания на абсолютно сухое вещество — по ГОСТ 938.1.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН Министерством легкой промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ:

А.Н. Беседин, К.С. Загородникова, Г.С. Григорьева, Л.П. Плюснина, Р.Ж. Мустафина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандарта ртов Совета Министров СССР от 23 ноября 1977 г. № 2738

Изменение № 3 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 8 от 12.10.95)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 1805

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовстандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3. Периодичность проверки — 5 лет

4. ВЗАМЕН ГОСТ 9212—59

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	2.1	ГОСТ 9147—80	2.1
ГОСТ 177—88	2.1	ГОСТ 9209—77	1.1, 3.1
ГОСТ 938.1—67	5.5	ГОСТ 10163—76	2.1
ГОСТ 1770—74	2.1	ГОСТ 12026—76	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1	ГОСТ 14919—83	2.1
ГОСТ 4220—75	2.1	ГОСТ 17631—72	4.1.1
ГОСТ 4221—76	2.1	ГОСТ 25336—82	2.1
ГОСТ 4232—74	2.1	ГОСТ 24104—88	2.1
ГОСТ 4461—77	2.1	ГОСТ 27068—86	2.1
ГОСТ 4517—87	2.1	ГОСТ 29227—91	2.1
ГОСТ 4526—75	2.1	ГОСТ 29251—91	2.1
ГОСТ 6709—72	2.1		

6. Ограничение срока действия снято по протоколу Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в августе 1982 г., декабре 1987 г., июне 1996 г. (ИУС 12—82, 2—88, 10—96)

Редактор *Т.П. Шашина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *С.И. Фарсова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95. Сдано в набор 17.03.98. Подписано в печать 10.04.98 Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 132 экз. С/Д 3676. Зак. 827.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102