

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СЫРЬЕ КОЖЕВЕННОЕ

методы определения компонентов консервирования ГОСТ 13105—77

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ Москва



ГОСУДАРСТВЕННЫЯ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СЫРЬЕ КОЖЕВЕННОЕ

ГОСТ 13105—77

Методы определения компонентов консервирования

Leather raw material. Methods of determination of the conservation components

Взамен ГОСТ 13105—67

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 24 февраля 1977 г. № 496 срок действия установлен

с 01.01 1978 г. до 01.01 1983 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на кожевенное сырье и устанавливает методы определения компонентов консервирования сырья: кальцинированной соды, хлористого натрия, парадихлорбензола и нафталина.

1. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАЛЬЦИНИРОВАННОЙ СОДЫ

1.1. Реактивы

1.1.1. Для проведения испытания применяют:

феноловый красный (индикатор) по ГОСТ 4599—73; раствор спиртовой готовят по ГОСТ 4919.1—77;

индикатор метиловый красный по техническим условиям Минхимпрома;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709-72;

индикатор тимоловый синий;

индикатор универсальный; готовят следующим образом: 0,375 г. тимолового синего и 0,125 г метилового красного индикатора растворяют в 70%-ном растворе этилового спирта и доводят объем до 100 мл.

1.2. Проведение испытания

1.2.1. Наличие кальцинированной соды определяют на количестве шкур (X), отобранных по формуле

$$X = 0.8 \cdot \sqrt{n}$$

где n — общее количество шкур;

0,8 — коэффициент.

Первую шкуру отбирают из верхнего десятка шкур, а последующие через рассчитанные периоды, которые определяются делением общего количества шкур на количество шкур, необходимых для испытания.

Пример определения периода отбора шкур приведен в спра-

вочном приложении.

1.2.2. Ножом очищают шкуру с мездровой стороны от соли в пяти участках (по краям и в центре) размером каждый 2×2 см. На очищенные участки шкуры наносят 2—3 капли фенолового красного или универсального индикатора. Наличие кальцинированной соды определяют по моментальному покраснению мездровой поверхности шкуры не менее чем в четырех участках от действия фенолового красного или позеленением от действия универсального индикатора. Кальцинированная сода должна обнаруживаться не менее чем на 80% шкур, отобранных для испытаний.

2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРИСТОГО НАТРИЯ

2.1. Отбор образцов

2.1.1. Отбор образцов — по ГОСТ 13104—77.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

2.2.1. Для проведения испытания применяют:

печь муфельную;

шкаф электрический сушильный с терморегулятором с нагревом до 200°C;

бюксы алюминиевые и стеклянные диаметром 6 см и высотой 2—3 см с крышками;

тигли фарфоровые;

весы аналитические типа АДВ-200 или другие, не уступающие им по точности;

эксикаторы по ГОСТ 6371-73;

колбы измерительные вместимостью 250 мл по ГОСТ 1770—74; пипетки вместимостью 5 мл по ГОСТ 20292—74;

бюретки бескрановые вместимостью 25 мл по ГОСТ 20292—74; колбы конические вместимостью 250 мл по ГОСТ 10394—72; цилиндры измерительные вместимостью 100 мл по ГОСТ 1770—74;

стаканы для взвешивания (бюксы) типа СН-I по ГОСТ 7148—70;

воронки химические по ГОСТ 8613-75;

бумагу фильтровальную лабораторную по ГОСТ 12026—76; пробки резиновые;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277-75, 0,1 н. раствор;

натрий хлористый 0,1 н. фиксанал;

калий хромовокислый по ГОСТ 4459—75, 5%-ный раствор; воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72.

2.3. Проведение испытания

2.3.1. Определение содержания хлористого натрия проводят на образцах кожсырья после определения содержания в них

влаги.

Образцы обугливают в муфельной печи. Тигли помещают в холодную муфельную печь. Сжигание проводят при температуре 500—600°С в нижней части муфельной печи, что соответствует слабокрасному калению, до получения остатка (золы) серого цвета. Полученный остаток обрабатывают несколькими порциями горячей дистиллированной воды и количественно переносят через бумажный фильтр в измерительную колбу вместимостью 250 мл, доводят объем ее до метки дистиллированной водой и перемешивают. Из этого объема берут пипеткой 5 мл, добавляют 3—5 капель '5%-ного раствора хромовокислого калия и титруют 0,1 н. раствором азотнокислого серебра.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю хлористого натрия (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot K \cdot 0,00585 \cdot 50 \cdot 100}{m}$$
,

где V — количество 0,1 н. раствора азотнокислого серебра, израсходованное на титрование, мл;

К — поправочный коэффициент;

т — масса навески, взятая для определения влаги в шкуре, г;
 0,00585 — титр раствора азотнокислого серебра, вычисленный по хлористому натрию, г/мл.

2.4.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Результат округляют до 0,1%.

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПАРАДИХЛОРБЕНЗОЛА И НАФТАЛИНА

 Наличие парадихлорбензола и нафталина в консервирующей смеси определяют органолептически по специфическому запаху.

ПРИЛОЖЕНИЕ Справочное

ПРИМЕР ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЕРИОДА ОТБОРА ШКУР ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НАЛИЧИЯ КАЛЬЦИНИРОВАННОЙ СОДЫ

В партии 100 шт. шкур. Для испытания отбирают следующее количество шкур: $0.8 \cdot \sqrt[4]{100} = 8$.

Последующие шкуры отбирают со следующим гериодом: $\frac{100}{8} = 12$, т. е. через 12 шкур.

Редактор В. Н. Розанова Технический редактор Ф. И. Шрайбштейн Корректор Э. В. Митяй Ketcip.

Изменение № 1 ГОСТ 13105-77 Сырье кожевенное. Методы определения компонентов консервирования

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.11.82 № 4552 срок введения установлен

c 01.05.83

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения: мл на см³. Вводную часть дополнить пунктами — 1.1a, 1.1.1a (перед п. 1.1): <1.1a. Метод отбора проб

1.1.1а. Для проведения анализов отбирают шкуры в количестве (X), вычисленных по формуле

 $X=0.8 \sqrt{n}$

(Продолжение см. стр. 206)

rде n — общее количество шкур;

0,8 — коэффициент.

Первую шкуру отбирают из верхнего десятка шкур, а последующие методом систематической выборки с учетом периода отбора шкур, который определяется делением общего количества шкур на количество шкур, необходимых для испытания.

Пример определения периода отбора шкур приведен в справочном при-

ложении».

Пункт 1.1.1. Заменить ссылки: ГОСТ 4919-68 на ГОСТ 4919.1-77,

ГОСТ 5858-51 на ГОСТ 5853-51.

Пункт 1.2.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Первую шкуру отбирают из верхнего десятка шкур, а последующие — методом систематической выборки с учетом периода отбора шкур, который определяется делением общего количества шкур на количество шкур, необходимых для испытания».

(Продолжение см. стр. 207)

Пункт 2.211. Заменить тип весов и ссылку: АДВ-200 на «ВЛР-200 по ГОСТ 24104—80», ГОСТ 12026—66 на ГОСТ 12026—76.

Стандарт дополнить разделом — 4:

«4. Метод определения кремнефтористого натрия

4.1. Метод отбора проб

4.1.1. Отбор проб — в соответствии с п. 1.12.

4.2. Аппаратура и реактивы

4.2.1. Для проведения испытания применяют:

кислоту серную по ГОСТ 4204-77;

жислоту соляную по ГОСТ 3118-77;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709-72;

ализариновый красный С по нормативно-технической документации;

цирконий (IV) хлорокись (ZrOCl₂8H₂O) по нормативно-технической документации;

натрий кремнефтористый по ГОСТ 87—77, 0,01% раствор; колба мерная вместимостью 1000 см³ по ГОСТ 1770—74;

пробирки стеклянные по ГОСТ 10515—75; воронки стеклянные по ГОСТ 8613—75;

фильтр бумажный и уголь активированный по нормативно-технической документации.

4.3. Подготовка к испытанию

4.3.1. Приготовление раствора ализаринового красного С

0,75 г ализаринового красного С растворяют в дистиллированной воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Раствор сохраняется длительное время в хорошо закрытой темной склянке.

4.3.2. Приготовление кислого раствора хлорида циркония

(Продолжение см. стр. 208)

0,354 г ZrOCl₂8H₂O растворяют в 600—800 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 см³, добавляют 33,3 см³ серной кислоты, перемешивают, добавляют 100 см³ соляной кислоты и снова перемешивают. После охлаждения доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Раствор сохраняют длительное время в хорошо закрытой темной склянке.

4.3.3. Приготовление раствора цирконий-ализаринового реактива

Сливают равные объемы растворов, приготовленных по пп. 4.3.1 и 4.3.2. Раствор применяют через 30 мин после приготовления. Срок годности — 3 сут.

4.4. Проведение испытания

4.4.1. Ножом соскребают 5—8 г консервирующей смеси с мездровой стороны шкуры в пяти участках (по краям и в центре), затем собранную смесь тщательно перемешивают.

4.4.2. 1,0—1,5 г консервирующей смеси растворяют в 10 см³ дистиллированной воды. В образовавшийся мутный раствор добавляют активированный уголь (0,3—0,4 г), хорошо перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр «синяя лента».

Берут две одинаковые пробирки. В одну из них помещают 2 см³ фильтрата, в другую (для сравнения) — раствор кремнефтористого натрия. В обе пробирки вносят по 3 капли цирконий-ализаринового реактива, перемешивают и оставляют на 10 мин.

- 4.4.3. Раствор в пробирке с фильтром в присутствии кремнефтористого натрия приобретает желтый цвет. Розовая окраска или розовый оттенок свидетельствует об отсутствии кремнефтористого натрия в консервирующей смеси.
- 4.4.4. Партия сырья считается законсервированной, если кремнефтористый натрий обнаружен не менее чем на 80% шкур, отобранных для испытания».

(HYC № 3 1983 r.)

Изменение № 2 ГОСТ 13105-77 Сырье кожевенное. Методы определения компонентов консервирования

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета-СССР по стандартам от 28.04.88 № 1221

Дата введения 01.01.89

По всему тексту стандарта заменить единицу; 0,1 и на 0,1 моль/дм3. Вводную часть после слова «нафталина» дополнить словами: «н гексафторсиликата (кремнефтористого) натрия». • Пункт 1.1.1. Заменить ссылки: ГОСТ 4599—73 на ТУ 6—09—5170—84,

ГОСТ 5853-51 на ТУ 6-09-5169-84.

(Продолжение см. с. 340)

(Продолжение изменения к ГОСТ 13105-77)

Третий абзац. Заменить слова: «до 200°С» на Пункт 2.2.1. «не более 200 °C»:

шестой абзац изложить в новой редакции: «весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г»;

заменить ссылки: ГОСТ 6371-73, ГОСТ 10394-72, ГОСТ 7148-70, ГОСТ 8613-75 на ГОСТ 25336-82:

Пункт 4. По всему тексту пункта заменить слова: «кремнефтористый натрий» на «гексафторсиликат натрия».

Пункт 4.2.1. Заменить ссылки: ГОСТ 10515—75, ГОСТ 8613—75 на ГОСТ 25336—82; ГОСТ 87—77 на ТУ 6—09—1461—85.

(ИУС № 7 1988 г.)