

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**ЖИР СИНТЕТИЧЕСКИЙ ДЛЯ КОЖЕВЕННОЙ
ПРОМЫШЛЕННОСТИ****ГОСТ
11010—84****Технические условия****Взамен
ГОСТ 11010—74**

Synthetic fat for leather industry. Specifications

МКС 75.080
ОКП 24 8495

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 31 октября 1984 г. № 3825 дата введения установлена

01.01.86

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

Настоящий стандарт распространяется на синтетический жир для кожевенной промышленности, получаемый этерификацией этиленгликолем технических жирных кислот и их смесей, получаемых окислением нефтяных парафинов.

Синтетический жир применяется для жирования кож.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. МАРКИ

В зависимости от применяемого сырья устанавливают следующие марки синтетического жира:

ВН — на основе технических кислот (марка Б), получаемых окислением парафина кислородом воздуха с последующим омылением окисленного продукта щелочью, отделением неомыляемых веществ отстоем и разложением мыл серной кислотой; применяется для жирования кож для верха и низа обуви.

Н — на основе смеси соотношения 1:1 технических кислот марок Б и А, получаемой путем смешения синтетических жирных кислот фракции $C_{21}-C_{25}$ с кислотами, получаемыми при рафинации метиловых эфиров синтетических жирных кислот фракции $C_{10}-C_{18}$; применяется для жирования кож для низа обуви.

2. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

2.1. Синтетический жир для кожевенной промышленности должен изготавливаться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

*Издание с Изменениями № 1, 2, утвержденными в марте 1989 г., феврале 1995 г.
(ИУС 6—89, 4—95).*

2.2. По физико-химическим показателям синтетический жир должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма для марки			Метод испытания
	ВН		Н	
	высший сорт	I-в сорт		
	ОКП 24 8495 2810	ОКП 24 8495 2820	ОКП 24 8495 2920	
Внешний вид	Однородный продукт от желтого до светло-коричневого цвета	Однородный продукт от светло-коричневого до коричневого цвета		По п. 5.1а
Интенсивность окраски, не более	1,0	1,2	1,5	По п. 5.2
Температура каплепадения, °С, не выше	36	40	43	По ГОСТ 6793—74
Кислотное число, мг КОН/г, не более	20	24	25	По ГОСТ 22386—77
Число омыления, мг КОН/г, не менее	175	165	165	По ГОСТ 21749—76
Массовая доля углеродов, %, не более	12	14	12	По п. 5.3
Массовая доля веществ, нерастворимых в петролейном эфире и этиловом спирте, %, не более	0,8	1,5	1,8	По п. 5.4
Массовая доля жирющих веществ, %, не менее	98,2	97,5	97,2	По п. 5.5
Массовая доля воды, %, не более	1,0	1,0	1,0	По ГОСТ 2477—65 с дополнением по п. 5.6

Примечание. Массовая доля воды допускается не более 3 %. При расчете с потребителем по основному веществу наличие воды сверх нормы, указанной в таблице, исключается из массы продукта.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. По степени воздействия на организм синтетический жир относится к 4-му классу опасности — малоопасным веществам по ГОСТ 12.1.007—76.

3.2. При работе с жиром необходимо применять специальную одежду, обувь и средства защиты рук типа Нж по ГОСТ 12.4.103—83 и защитные очки.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Помещение, в котором проводят работы с синтетическим жиром, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

3.4. Синтетический жир является горючим продуктом. Температура вспышки в открытом тигле 193 °С. Температура воспламенения: нижний предел 173 °С. Температура самовоспламенения 365 °С.

При возникновении пожара применять средства тушения: пену, углекислый газ, распыленную воду.

4. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

4.1. Синтетический жир принимают партиями. Партией считают любое количество однородного по показателям качества синтетического жира, изготовленного за один технологический цикл и сопровождаемого одним документом о качестве, содержащим данные по ГОСТ 1510—84.

4.2. Объем выборки — по ГОСТ 2517—85.

4.3. При получении неудовлетворительных результатов испытания хотя бы по одному показателю по нему проводят повторные испытания на удвоенной выборке от той же партии. Результаты повторных испытаний распространяются на всю партию.

5. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

5.1. Отбор проб — по ГОСТ 2517—85.

Масса объединенной пробы синтетического жира — 1 кг.

5.1а. Определение внешнего вида

Синтетический жир наносят шпателем на предметное стекло размером 50×70×2 мм по ГОСТ 111—2001 слоем около 1 мм и рассматривают его в проходящем свете невооруженным глазом.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

5.2. Определение интенсивности окраски

5.2.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Фотоэлектроколориметр со светофильтром, соответствующим максимальному светопропусканию при длине волны (400±20) нм.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88* 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Колба Кн-1—100—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 2—50 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Хлороформ по ГОСТ 20015—88.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2.2. Подготовка к испытанию

Фотоэлектроколориметр готовят к работе в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

5.2.3. Проведение испытания

0,5 г синтетического жира, взвешенного с погрешностью не более 0,02 г, растворяют в 33 см³ хлороформа. Готовый 1 %-ный раствор синтетического жира наливают в кювету с расстоянием между рабочими гранями 10 мм и устанавливают в правый пучок света, в левый пучок света помещают кювету с растворителем.

Для определения оптической плотности применяют светофильтр № 3, максимальное пропускание для которого соответствует длине волны 400 нм.

Оптическая плотность исследуемого образца должна быть 0,3—0,8. Если измеренная оптическая плотность превышает 0,8, берут кювету с расстоянием между рабочими гранями 5 мм.

5.2.4. Обработка результатов

Интенсивность окраски (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{D}{b},$$

где D — оптическая плотность,

b — толщина кюветы, см.

За результат испытания принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,1 при интенсивности окраски 0,5—1,5. Пределы допускаемого значения абсолютной суммарной погрешности испытания ±0,05 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

5.2.3, 5.2.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5.3. Определение массовой доли углеводов

5.3.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Силикагель технический по ГОСТ 3956—76, марок АСКГ и АСМК, прокаленный в тонком слое не менее 1 ч при температуре 500 °С—550 °С для марки АСКГ и при температуре 150 °С — для марки АСМК.

* С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

Эфир петролейный 40—70.

Эфир этиловый.

Колба Кн-1—250—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82.

Воронка ВД-1—100 ХС по ГОСТ 25336—82.

Стакан В-150 ТС по ГОСТ 25336—82.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Печь муфельная.

Шкаф сушильный.

Баня водяная.

Электроплитка по ГОСТ 14919—83.

Колонка хроматографическая диаметром 15—16 мм, высотой 600—700 мм. Трубка в верхней части может быть расширена в виде шаровой емкости диаметром 22—25 мм, нижний конец трубки заканчивается оттянутым носиком для стекания капель.

Для регулирования скорости элюента допускается кран в нижней части колонки.

Цилиндр 1—25 по ГОСТ 1770—74.

Холодильник ХШ-1—300—29/32, ХС по ГОСТ 25336—82.

Насадка Н1—29/32—14/23—14/23 ТС по ГОСТ 25336—82.

Термометр ТН-5 по ГОСТ 400—80.

Алонж АИ-19/26—60 по ГОСТ 25336—82.

Эксикатор лабораторный 1—200 по ГОСТ 25336—82.

Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299—78, марка А или спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—87.

Толуол по ГОСТ 5789—78 или по ГОСТ 14710—78.

5.3.2. Проведение анализа

Нижнюю часть колонки заполняют кусочком гигроскопической ваты, после чего понемногу засыпают силикагель и уплотняют постукиванием по колонке стеклянной палочкой, защищенной резиновой трубкой до тех пор, пока уровень силикагеля перестанет изменяться. При достаточном уплотнении в колонку должно входить около 60 г силикагеля.

Для каждого определения колонка заполняется свежепрокаленным или регенерированным силикагелем. После этого силикагель смачивается 10—15 см³ петролейного эфира.

Навеску жира массой 2—3 г, взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют при нагревании в 10—15 см³ петролейного эфира. Полученный раствор количественно переносят в верхнюю часть колонки с такой скоростью, чтобы уровень раствора сохранялся на 5—10 мм выше уровня силикагеля и не размывался по стенкам расширения колонки. Стаканчик ополаскивают 15—20 см³ петролейного эфира и содержимое вновь сливают в колонку. Затем с помощью делительной воронки добавляют по каплям 100—150 см³ петролейного эфира. В процессе хроматографирования постоянно поддерживают уровень элюента на 5—10 мм выше уровня силикагеля. Экстракт углеводов собирают в тарированную колбу.

Растворитель отгоняют из колбы на водяной бане. Для удаления оставшихся следов растворителя высушивают колбу в сушильном шкафу до постоянной массы при температуре 60 °С—70 °С. Колбу взвешивают через 1,5 ч, затем через каждые 20 мин высушивания до изменения массы не более 0,001 г.

5.3.3. Обработка результатов

Массовую долю углеводов (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m}{m_1} \cdot 100,$$

где m — масса выделенных углеводов, г;

m_1 — масса продукта, г.

За результат испытания принимают среднееарифметическое результатов двух параллельных определений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать 1 % для массовой доли углеводов 10 %—15 %. Пределы допустимого значения абсолютной суммарной погрешности результатов испытания $\pm 0,5$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

5.3.4. Регенерация силикагеля

Отработанный силикагель высыпают из колонки в стеклянную емкость, заливают этиловым эфиром или смесью этилового спирта и толуола в соотношении 1:1 и промывают три раза при перемешивании. Промытый силикагель высушивают до полного удаления следов этилового эфира

и прокаливают в муфельной печи при температуре 500 °С—550 °С до тех пор, пока весь силикагель не приобретет первоначальный цвет.

Перед применением силикагель необходимо прокалить повторно.

5.3.1—5.3.4. (Измененная редакция, Изм. № 1).

5.4. Определение массовой доли веществ, нерастворимых в петролейном эфире и этиловом спирте

5.4.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Баня водяная.

Колба Кн-1—250—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82.

Воронка В-56—80 ХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 2—100 по ГОСТ 1770—74.

Холодильник обратный воздушный диаметром 10—15 мм, длиной не менее 1100 мм или холодильник ХШ-1 по ГОСТ 25336—82.

Эфир петролейный 40—70 или 70—100.

Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299—78, марка А, или спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—87.

Шкаф сушильный.

Фильтр обеззоленный типа «Белая лента».

5.4.2. Проведение анализа

4—5 г синтетического жира взвешивают с погрешностью не более 0,01 г в колбе и добавляют 100 см³ петролейного эфира.

К колбе присоединяют обратный воздушный холодильник, нагревают на водяной бане до кипения и кипятят 45—60 мин. После кипячения массу отфильтровывают через высушенный в течение 1 ч при 100 °С взвешенный фильтр, вырезанный из фильтровальной бумаги. Колбу тщательно и многократно промывают горячим эфиром, который пропускают через тот же фильтр до тех пор, пока по краю фильтра не останется темной каемки.

Оставшийся в колбе и на фильтре осадок растворяют в 40 см³ кипящего этилового спирта. Раствор фильтруют через тот же фильтр в чистую колбу. Колбу и фильтр промывают кипящим спиртом порциями по 30 см³ (4—5 раз) до тех пор, пока капля, стекающая с кончика фильтра, не будет прозрачной и по верхнему краю фильтра исчезнет желтая каемка.

Колбу с остатком и фильтр сушат в сушильном шкафу при температуре 100 °С до тех пор, пока расхождение между взвешиваниями будет не более 0,002 г.

5.4.3. Обработка результатов

Массовую долю веществ, нерастворимых в петролейном эфире и этиловом спирте, (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(m_1 + m_2)}{m} \cdot 100,$$

где m_1 — масса остатка в колбе, г;

m_2 — масса остатка на фильтре, г;

m — масса навески синтетического жира, г.

За результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,2 % для массовой доли веществ, нерастворимых в петролейном эфире и этиловом спирте 0,2 %—1,8 %. Пределы допускаемого значения абсолютной суммарной погрешности результатов испытания $\pm 0,1$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

5.4.1—5.4.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

5.5. Определение массовой доли жирующих веществ

5.5.1. Массовую долю жирующих веществ определяют вычитанием из 100 % суммы массовых долей воды, определенной по ГОСТ 2477—65, и продуктов, нерастворимых в петролейном эфире и этиловом спирте.

5.6. Определение массовой доли воды

Для определения воды берут (25±0,01) г синтетического жира и определяют массовую долю по ГОСТ 2477—65.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

6. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

6.1. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение синтетического жира производится в соответствии с ГОСТ 1510—84 со следующим дополнением: синтетический жир упаковывают в стальные бочки по ГОСТ 13950—91 и ГОСТ 6247—79 или, по согласованию с потребителем, в железнодорожные цистерны.

7. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

7.1. Изготовитель гарантирует соответствие синтетического жира требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

7.2. Гарантийный срок хранения синтетического жира — два года со дня изготовления.