



12608-85

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

**КОЖА**

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАСТВОРИМЫХ СОЛЕЙ МАГНИЯ

**ГОСТ 12608—85**

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

Москва



**РАЗРАБОТАН Министерством легкой промышленности СССР**  
**ИСПОЛНИТЕЛИ**

Ф. В. Миронов, А. В. Тимофеева, Г. П. Рустанович, З. А. Беляева, Р. А. Иванова

**ВНЕСЕН Министерством легкой промышленности СССР**

Зам. министра А. А. Бирюков

**УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением государственного комитета СССР по стандартам от 18 февраля 1985 г.  
№ 323

## КОЖА

Метод определения растворимых солей магния  
 Leather. Method of determination of magnesium  
 salt content

ГОСТ  
 12608—85

Взамен  
 ГОСТ 12608—67

ОКСТУ 8609

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 18 февраля 1985 г. № 323 срок действия установлен

с 01.01.86

до 01.01.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на кожу и устанавливает комплексонометрический метод определения растворимых солей магния  $MgSO_4 \cdot 7H_2O$  в зольном остатке кожи или в неорганических водовываемых веществах из кожи.

## 1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб производят по ГОСТ 938.0—75.

## 2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

2.1. Для определения растворимых солей магния в коже применяют:

весы технические типа ВТБ-500А или другие, обеспечивающие аналогичную точность взвешивания;

весы аналитические типа ВЛР-200 или другие, обеспечивающие аналогичную точность взвешивания;

колбы мерные вместимостью 1000, 250, 100  $cm^3$  по ГОСТ 1770—74;

пипетки вместимостью 50, 25, 10  $cm^3$  по ГОСТ 1770—74;

цилиндры мерные вместимостью 500, 50, 10, 5  $cm^3$  по ГОСТ 1770—74;

колбы конические вместимостью 250  $cm^3$  по ГОСТ 25336—82;

стаканы химические вместимостью 250  $cm^3$  по ГОСТ 25336—82;

- кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, 2 моль/дм<sup>3</sup> 10%-ный раствор;
- аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 2 моль/дм<sup>3</sup>, 25 и 10%-ные растворы;
- натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—77, 2 моль/дм<sup>3</sup> раствор;
- аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72;
- аммиачно-хлористоаммониевый буферный раствор;
- трилон Б (комплексон III, динатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652—73;
- хромоген черный ET-00 (эриохром черный Т);
- цинковую пыль или цинк металлический гранулированный по ГОСТ 989—75;
- магний сернокислый (фиксанал);
- магний сернокислый по ГОСТ 4523—77;
- натрий хлористый по ГОСТ 4233—77;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461—77;
- железо хлорное по ГОСТ 4147—74, 10%-ный раствор;
- кислоту щавелевую по ГОСТ 22180—76, 5%-ный раствор.

### 3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Приготовление индикатора хромогена черного ET-00

Одну часть хромогена черного ET-00 хорошо смешивают с 300 частями твердого мелкокристаллического хлористого натрия. К титруемому раствору индикатор прибавляют в твердом виде.

3.2. Приготовление аммиачно-хлористоаммониевого буферного раствора

( $54 \pm 0,01$ ) г хлористого аммония и 350 см<sup>3</sup> 25%-ного раствора аммиака вносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в ( $500 \pm 5$ ) см<sup>3</sup> дистиллированной воды, затем доливают до метки и перемешивают.

3.3. Приготовление и установка титра 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б

Трилон Б сушат при 80—82°C в течение 4—5 ч, затем взвешивают ( $3,7220 \pm 0,0002$ ) г, вносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, приливают ( $500 \pm 5$ ) см<sup>3</sup> дистиллированной воды, растворяют трилон Б при перемешивании, доводят объем раствора до метки и еще раз перемешивают. Раствор хранят в закрытых полиэтиленовых сосудах.

Для установки титра 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б взвешивают на аналитических весах 0,16—0,17 г химически чистой цинковой пыли или цинка металлического, заливают ( $200 \pm 5$ ) см<sup>3</sup> 2 моль/дм<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и нагревают на водяной

бане до полного растворения. После этого раствор переливают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и после охлаждения доводят до метки той же кислотой. 25 см<sup>3</sup> этого раствора отбирают пипеткой и вносят в коническую колбу, разбавляют 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и добавляют 30 см<sup>3</sup> 2 моль/дм<sup>3</sup> раствора аммиака.

Индикатор хромоген черный ЕТ-00 прибавляют до отчетливо-го красного окрашивания 0,1—0,2 г, затем раствор титруют 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствором трилона Б до перехода в чисто-синий цвет (без красного оттенка). Для определения поправочного коэффициента 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б вначале рассчитывают теоретический объем этого раствора, расходуемого на титрование приготовленного раствора цинка (1 см<sup>3</sup> 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б соответствует 0,6538 мг цинка).

Теоретический объем 0,01 моль/дм<sup>3</sup> трилона Б ( $V_1$ ) в см<sup>3</sup> определяют по формуле

$$V_1 = \frac{m_1}{6,538},$$

где  $m_1$  — навеска цинка, мг.

Затем вычисляют поправочный коэффициент ( $K$ ) на 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствор трилона Б по формуле

$$K = \frac{V_1}{V_2},$$

где  $V_1$  — теоретический объем трилона Б, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б, израсходованный на титрование (экспериментальная величина), см<sup>3</sup>.

Если нельзя установить титр трилона Б по цинку, допускается установление титра по 0,005 моль/дм<sup>3</sup> раствору фиксана сернистого магния или по реактиву магния сернистого с предварительным определением в нем MgSO<sub>4</sub> весовым методом. Для этого пипеткой берут 50 см<sup>3</sup> 0,005 моль/дм<sup>3</sup> раствора соли магния, добавляют 5 см<sup>3</sup> аммиачно-хлористоаммониевого раствора, 0,1—0,2 г индикатора хромогена черного ЕТ-00 и при интенсивном перемешивании медленно титруют раствором трилона Б.

Коэффициент поправки ( $K$ ) для 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б вычисляют по формуле

$$K = \frac{50 \cdot K_1}{V_2 \cdot 2},$$

где  $K_1$  — поправочный коэффициент для 0,005 моль/дм<sup>3</sup> раствора сернистого магния;

- $V_2$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование,  $\text{см}^3$ ;  
50 — объем 0,005 моль/ $\text{дм}^3$  раствора  $\text{MgSO}_4$ , взятый на титрование,  $\text{см}^3$ .

### 3.4. Подготовка зольного остатка кожи

#### 3.4.1. Удаление фосфат-ионов

К золе, полученной в тигле после озоления кожи (по ГОСТ 938.2—67), приливают 5  $\text{см}^3$  10%-ного раствора соляной кислоты и растворяют при нагревании. Полученный раствор сливают в стакан вместимостью 250  $\text{см}^3$ , ополаскивают тигель и сливают раствор в стакан. Затем разбавляют дистиллированной водой до 50—60  $\text{см}^3$ . В полученный раствор приливают 3  $\text{см}^3$  10%-ного раствора аммиака, 4—5 капель концентрированной азотной кислоты и 4—5 капель 10%-ного раствора хлорного железа. Раствор подщелачивают аммиаком до выпадения осадка и появления запаха аммиака, затем нагревают. Образовавшийся осадок должен иметь явно выраженный коричневый цвет. При отсутствии цвета в раствор, снова добавляют соляную кислоту до полного растворения осадка, прибавляют по 4—5 капель хлорного железа и аммиака. Эту процедуру повторяют до получения осадка чисто коричневого цвета. Раствор кипятят до исчезновения запаха аммиака и еще теплым фильтруют.

Фильтр с осадком промывают горячей дистиллированной водой. В фильтрате, соединенном с промывными водами, определяют массовую долю  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  после удаления возможно присутствующих ионов кальция.

#### 3.4.2. Удаление ионов кальция

Золу в тигле растворяют в соответствии с требованием п. 3.4.1 или применяют фильтрат, полученный после удаления фосфат-ионов.

К раствору зола или к фильтрату, полученному по п. 3.4.1, приливают 7,5—8,0  $\text{см}^3$  10%-ного раствора аммиака и 2  $\text{см}^3$  5%-ного раствора щавелевой кислоты, предварительно нейтрализованной аммиаком (по индикаторной бумаге). Раствор нагревают до кипения, затем его переливают в мерную колбу вместимостью 100  $\text{см}^3$  и после охлаждения доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и фильтруют через складчатый фильтр. 10  $\text{см}^3$  фильтрата пипеткой переносят в коническую колбу вместимостью 250  $\text{см}^3$ , разбавляют 100  $\text{см}^3$  дистиллированной воды.

### 3.5. Подготовка неорганических водовываемых веществ из кожи

В тигель, содержащий неорганические вещества, определяемые по ГОСТ 938.6—68, приливают 5—7  $\text{см}^3$  2 моль/ $\text{дм}^3$  раствора

соляной кислоты и растворяют при нагревании. Полученный раствор переливают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Тигель ополаскивают сначала 3—4 см<sup>3</sup> 2 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты, затем дистиллированной водой. Раствор нейтрализуют в присутствии метилового оранжевого 2 моль/дм<sup>3</sup> раствором аммиака или едкого натра и кипятят. Полученный раствор охлаждают и разбавляют 150 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

#### 4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. К раствору, полученному по п. 3.4.2, или п. 3.5, приливают 20 см<sup>3</sup> буферного раствора, доводят температуру до 50°C и добавляют индикатор хромоген черный ЕТ-00 до отчетливого покраснения раствора (0,1—0,2 г). Титруют 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствором трилона Б до перехода цвета испытуемого раствора в чисто-синий (без красного оттенка).

#### 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю растворимых солей магния вычисляют в процентах в пересчете на MgSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O или MgO по формулам:

$$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} = \frac{V \cdot K \cdot 0,002465 \cdot 10 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot K \cdot 2,465}{m},$$

$$\text{MgO} = \frac{V \cdot K \cdot 0,000403 \cdot 10 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot K \cdot 0,403}{m},$$

где  $V$  — объем 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;  
 $K$  — коэффициент поправки для 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б;  
 $m$  — масса навески кожи, г;  
 0,002465 — количество MgSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O, соответствующее 1 см<sup>3</sup> 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б, г;  
 0,000403 — количество MgO, соответствующее 1 см<sup>3</sup> 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б, г.

5.2. Допускаемое отклонение от среднего арифметического двух параллельных определений для растворимых солей магния не должно превышать 0,2% абс.

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

5.3. Пересчет результатов анализа на абсолютно сухую кожу или кожу с условным содержанием влаги проводят по ГОСТ 938.1—67.

Редактор *Н. В. Бобкова*  
Технический редактор *В. Н. Тушева*  
Корректор *В. Ф. Малютина*

Сдано в наб. 12.03.85 Подп. в печ. 12.04.85 0,5 усл. п. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,34 уч.-изд. л.  
Тир. 10 000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новоспасский пер., 3  
Тип. «Московский печатник», Москва, Ляляк пер., 6. Зак. 338