



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

---

## КОЖА

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАСТВОРИМЫХ СОЛЕЙ МАГНИЯ

ГОСТ 12608—85

Издание официальное

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 водовымываемых 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 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770—74;

пипетки вместимостью 50, 25, 10 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770—74;

цилиндры мерные вместимостью 500, 50, 10, 5 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770—74;

колбы конические вместимостью 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336—82;

стаканы химические вместимостью 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336—82;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, 2 моль/дм<sup>3</sup> 10%-ный растворы;  
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;  
амиачно-хлористоаммониевый буферный раствор;  
трилон Б (комплексон III, двунатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652—73;  
хромоген черный ЕТ-00 (эриохром черный Т);  
цинковую пыль или цинк металлический гранулированный по ГОСТ 989—75;  
магний сернокислый (фиксант);  
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 хромсгена черного ЕТ-00

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

#### 3.2. Приготовление амиачно-хлористоаммониевого буферного раствора

(54±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±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±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±5) см<sup>3</sup> 2 моль/дм<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и нагревают на водянной

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 коэффициенты ( $K$ ) 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 фиксанала сернокислого магния или по реактиву магния сернокислого 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 0,005 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 сернокислого магния;

$V_2$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;  
50 — объем 0,005 моль/дм<sup>3</sup> раствора MgSO<sub>4</sub>, взятый на титрование, см<sup>3</sup>.

### 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 см<sup>3</sup> 10%-ного раствора соляной кислоты и растворяют при нагревании. Полученный раствор сливают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, ополаскивают тигель и сливают раствор в стакан. Затем разбавляют дистиллированной водой до 50—60 см<sup>3</sup>. В полученный раствор приливают 3 см<sup>3</sup> 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 растворе, снова добавляют соляную кислоту до полного растворения осадка, прибавляют по 4—5 капель хлорного железа и аммиака. Этую 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 MgSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>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 золы или к фильтрату, полученному по п. 3.4.1, приливают 7,5—8,0 см<sup>3</sup> 10%-ного раствора аммиака и 2 см<sup>3</sup> 5%-ного раствора щавелевой кислоты, предварительно нейтрализованной аммиаком (по индикаторной бумаге). Раствор нагревают до кипения, затем его переливают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и после охлаждения доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и фильтруют через складчатый фильтр. 10 см<sup>3</sup> фильтрата пипеткой переносят в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, разбавляют 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

### 3.5. Подготовка неорганических водовыпываемых веществ из кожи

В тигель, содержащий неорганические вещества, определяемые по ГОСТ 938.6—68, приливают 5—7 см<sup>3</sup> 2 моль/дм<sup>3</sup> 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% abs.

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. И. 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, Новопресненский пер., 3  
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 338