ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КОЖА

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАСТВОРИМЫХ СОЛЕЙ МАГНИЯ

ГОСТ 12608—85

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

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

УДК 675.06 : 546.46.06 : 006.354 Группа М19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

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 $см^3$ по ГОСТ 1770—74;

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

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

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

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

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1985

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, 2 моль/дм³ 10%-ный растворы;

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 2 моль/дм³, 25 и 10%-ные растворы;

натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—77, 2 моль/дм³ раствор;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72;

аммиачно-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 (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 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 аммиачно-хлористоаммониевого буферного раствора

(54±0,01) г хлористого аммония и 350 см³ 25%-ного раствора аммиака вносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в (500±5) см³ дистиллированной воды, затем доливают до метки и перемешивают.

3.3. Приготовление и установка титра 0,01 моль/дм³ раствора трилона Б

Трилон Б сушат при 80—82°С в течение 4—5 ч, затем взвешивают (3,7220±0,0002) г, вносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, приливают (500±5) см³ 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/дм³ раствора трилона Б взвешивают на аналитических весах 0,16—0,17 г химически чистой цинковой пыли или цинка металлического, заливают (200±5) см³ 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты и нагревают на водяной

бане до полного растворения. После этого раствор переливают в мерную колбу вместимостью 250 см³ и после охлаждения доводят до метки той же кислотой. 25 см³ этого раствора отбирают пипеткой и вносят в коническую колбу, разбавляют 50 см³ дистиллированной воды и добавляют 30 см³ 2 моль/дм³ раствора аммиака.

Индикатор хромоген черный ЕТ-00 прибавляют до отчетливого красного окрашивания 0,1—0,2 г, затем раствор титруют 0,01 моль/дм³ раствором трилона Б до перехода в чисто-синий цвет (без красного оттенка). Для определения поправочного коэффициента 0,01 моль/дм³ раствора трилона Б вначале рассчитывают теоретический объем этого раствора, расходуемого на титрование приготовленного раствора цинка (1 см³ 0,01 моль/дм³ раствора трилона Б соответствует 0,6538 мг цинка).

Теоретический объем 0,01 моль/дм³ трилона Б (V_1) в см³ 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/дм³ раствор трилона Б по формуле

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

где V_1 — теоретический объем трилона Б, см³;

V_2 — объем 0,01 моль/дм³ раствора трилона Б, израсходованный на титрование (экспериментальная величина), см³.

Если нельзя установить титр трилона Б по цинку, допускается установление титра по 0,005 моль/дм³ раствору фиксанала сернокислого магния или по реактиву магния сернокислого с предварительным определением в нем $MgSO_4$ весовым методом. Для этого пипеткой берут 50 см³ 0,005 моль/дм³ раствора соли магния, добавляют 5 см³ 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/дм³ 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/дм³ раствора сернокислого магния;

V_2 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

50 — объем 0,005 моль/дм³ раствора $MgSO_4$, взятый на титрование, см³.

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 см³ 10%-ного раствора соляной кислоты и растворяют при нагревании. Полученный раствор сливают в стакан вместимостью 250 см³, ополаскивают тигель и сливают раствор в стакан. Затем разбавляют дистиллированной водой до 50—60 см³. В полученный раствор приливают 3 см³ 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 $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ 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 см³ 10%-ного раствора аммиака и 2 см³ 5%-ного раствора щавелевой кислоты, предварительно нейтрализованной аммиаком (по индикаторной бумаге). Раствор нагревают до кипения, затем его переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и после охлаждения доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и фильтруют через складчатый фильтр. 10 см³ фильтрата пипеткой переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³, разбавляют 100 см³ дистиллированной воды.

3.5. Подготовка неорганических водовымываемых веществ из кожи

В тигель, содержащий неорганические вещества, определяемые по ГОСТ 938.6—68, приливают 5—7 см³ 2 моль/дм³ раствора

соляной кислоты и растворяют при нагревании. Полученный раствор переливают в коническую колбу вместимостью 250 см³. Тигель ополаскивают сначала 3—4 см³ 2 моль/дм³ соляной кислоты, затем дистиллированной водой. Раствор нейтрализуют в присутствии метилового оранжевого 2 моль/дм³ раствором аммиака или едкого натра и кипятят. Полученный раствор охлаждают и разбавляют 150 см³ дистиллированной воды.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. К раствору, полученному по п. 3.4.2, или п. 3.5, приливают 20 см³ буферного раствора, доводят температуру до 50°С и добавляют индикатор хромоген черный ЕТ-00 до отчетливого покраснения раствора (0,1—0,2 г). Титруют 0,01 моль/дм³ 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 $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ или MgO по формулам:

$$MgSO_4 \cdot 7H_2O \frac{V \cdot K \cdot 0{,}002465 \cdot 10 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot K \cdot 2{,}465}{m},$$

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

где V — объем 0,01 моль/дм³ раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

K — коэффициент поправки для 0,01 моль/дм³ раствора трилона Б;

m — масса навески кожи, г;

0,002465 — количество $MgSO_4 \cdot 7H_2O$, соответствующее 1 см³ 0,01 моль/дм³ раствора трилона Б, г;

0,000403 — количество MgO, соответствующее 1 см³ 0,01 моль/дм³ 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. 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

gost.e-ecolog.ru