



21138.5-78
21138.6-78
21138.7-78
21138.8-78
21138.9-78

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

сч. 1

М Е Л

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 21138.5-78—ГОСТ 21138.9-78

Издание официальное



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ

Москва

МЕЛ

Метод определения массовой доли углекислого кальция и углекислого магния

ГОСТ**21138.5—78**

Chalk. Method for determination of calcium carbonate and magnesium carbonate mass fraction

ОКСТУ 0709

Срок действияс 01.07.79до 01.01.94

Настоящий стандарт распространяется на природный мел и устанавливает объемный комплексонометрический метод определения массовой доли суммы углекислого кальция и углекислого магния в пересчете на углекислый кальций.

Метод основан на титровании суммы кальция и магния раствором трилона Б в аммиачно-хлоридной среде в присутствии индикатора хромоген черного.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа—по ГОСТ 21138.0—85.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 25 %-ный раствор;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и разбавленную 1 : 1;

кальций углекислый по ГОСТ 4530—76;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77;

хромоген черный ЕТ-00 (индикатор) по ГОСТ 10398—76, сухую смесь, приготовленную следующим образом: 1 г хромогена черного растирают в фарфоровой ступке со 100 г хлористого калия и тщательно перемешивают. Хранят в плотно закрытой банке;

стандартный 0,05 М раствор хлористого кальция, приготовленный следующим образом: 5,004 г углекислого кальция, предварительно высушенного при 105—110°C, осторожно разлагают соляной кислотой до полного растворения, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают;

аммиачно-хлоридную буферную смесь, содержащую сернистый аммоний, приготовленную следующим образом: 67 г хлористого аммония помещают в колбу вместимостью 1000 см³, приливают 300—400 см³ воды, 570 см³ аммиака и 25 см³ раствора сернистого аммония, доливают водой до метки и перемешивают;

раствор индикатора хром темно-синего, приготовленный следующим образом: 0,5 г индикатора растворяют при растирании в 10 см³ аммиачно-хлоридного буфера, не содержащего сернистый аммоний, и доливают этиловым спиртом до объема 100 см³;

соль динатриевую этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,05 М раствор, приготовленный следующим образом: 18,615 г трилона Б растворяют в 100 см³ воды при нагревании. Если полученный раствор мутный, его отфильтровывают.

Допускается приготовление 0,05 М раствора трилона Б из фиксанала.

Для установления титра раствора трилона Б отбирают пипеткой по 50 см³ стандартного раствора хлористого кальция в три стакана вместимостью 300 см³, доливают водой до объема 200 см³ и в каждый стакан приливают по 10 см³ 25%-ного раствора аммиака и прибавляют на кончике шпателя индикатор хромоген черный. Затем растворы титруют раствором трилона Б до изменения окраски раствора из ярко-малиновой в устойчивую ярко-синюю.

Вычисляют средний объем трилона Б, израсходованный на титрование стандартного раствора хлористого кальция.

Молярность раствора трилона Б (M_1) вычисляют по формуле

$$M_1 = \frac{M \cdot V}{V_1},$$

где M — молярность стандартного раствора хлористого кальция;

V — объем стандартного раствора хлористого кальция, взятый для титрования, см³;

V_1 — средний объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³.

Титр раствора трилона Б (T) в граммах углекислого кальция на миллиметр раствора вычисляют по формуле

$$T = \frac{50,04 \cdot M_1}{0001}.$$

где 50,04 — грамм-эквивалент углекислого кальция;

M_1 — молярность раствора трилона Б.

Допускается устанавливать титр раствора трилона Б по ГОСТ 10398—76.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску мела массой 1 г помещают в стакан вместимостью 150—200 см³, смачивают 10—15 см³ воды и постепенно небольшими порциями приливают разбавленную 1 : 1 соляную кислоту до прекращения выделения двуокиси углерода. Затем приливают еще 3—5 см³ разбавленной 1 : 1 соляной кислоты и раствор кипятят в течение 3—5 мин.

Полученный раствор отфильтровывают в мерную колбу вместимостью 250 см³, осадок на фильтре промывают 5—6 раз водой. Фильтрат охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

3.2. В стакан вместимостью 300 см³ отбирают аликвотную часть раствора объемом 50 см³, приливают 10 см³ 25%-ного раствора аммиака и прибавляют на кончике шпателя индикатор хромоген черный и титруют раствором трилона Б до изменения окраски раствора из ярко-малиновой в устойчивую ярко-синюю.

3.3. Допускается использовать для анализа вместо крепкого аммиака с индикатором хромоген черным ЕТ-00 буферную смесь с индикатором хром темно-синим.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю углекислого кальция и углекислого магния в пересчете на углекислый кальций (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot T \cdot V_1 \cdot 100}{V_2 \cdot m},$$

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование суммы углекислого кальция и углекислого магния, см³;

T — титр раствора трилона Б, вычисленный по углекислому кальцию, г/см³;

V_1 — объем исходного раствора, см³;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески пробы, г.

4.2. При вычислении результатов анализа окончательный результат округляют до второго десятичного знака.

4.3. Допускаемое расхождение между результатами двух парал-

дельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать 0,25 %.

4.2, 4.3. (Измененная редакция, Изд. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством промышленности строительных материалов СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Н. А. Могиленко (руководитель темы), Х. Х. Узэмый, Ю. Я. Швиде

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26 апреля 1978 г. № 1112

3. ВЗАМЕН ГОСТ 13147—67

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, из которых дана ссылка | Номер пункта |
|---|--------------|
| ГОСТ 3118—77 | 2.1 |
| ГОСТ 3760—79 | 2.1 |
| ГОСТ 4234—69 | 2.1 |
| ГОСТ 4530—76 | 2.1 |
| ГОСТ 10398—76 | 2.1 |
| ГОСТ 10652—73 | 2.1 |
| ГОСТ 21138.0—85 | 1.1 |

5. Срок действия продлен до 01.01.94 Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.06.88 № 2537

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ [июнь 1990 г.] с Изменением № 1, утвержденным в июне 1988 г. [ИУС 11—88]