УДК 622.355.5 : 543.06 : 006.354 Группа А49

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МЕЛ

# Метод определения массовой доли хлорид-ионов в водной вытяжке

Chalk. Method for determination of chloride ions content in water extract

# ГОСТ 21138.3—85

Взамен ГОСТ 21138.3—75

ОКСТУ 0709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28 ноября 1985 г. № 3746 срок действия установлен

с 01.01.87
до 01.01.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на природный мел и устанавливает объемный метод определения массовой доли хлорид-ионов в водной вытяжке.

Метод основан на титровании в водной вытяжке хлорид-ионов раствором азотнокислой ртути (II) в присутствии индикатора дифенилкарбазона.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

весы лабораторные по ГОСТ 24104—80;

колбы мерные вместимостью 100, 250 и 1000 см³ по ГОСТ 1770—74;

микробюретку вместимостью 10 см³ по ГОСТ 20292—74;

пипетку вместимостью 100 см³ по ГОСТ 20292—74;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—77, х. ч., концентрированную и разбавленную 1 : 4;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, х. ч.;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой долей 1%;



gost.e-ecolog.ru

дифенилкарбазон, спиртовой раствор с массовой долей 1%, или смешанный индикатор: спиртовой раствор с массовой долей 2% дифенилкарбазида и дифенилкарбазона в отношении 9 : 1;

ртуть (II) азотнокислую одноводную по ГОСТ 4520—78, раствор концентрации $C=0{,}025$ моль/дм³, приготовленный следующим образом: 8,32 г соли помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, приливают 0,6—0,7 см³ азотной кислоты, 50 см³ воды и растворяют при перемешивании. Раствор доливают водой до метки и оставляют на одни сутки. Если раствор непрозрачен, его фильтруют. Далее устанавливают поправочный коэффициент к титру раствора концентрации $C=0{,}025$ моль/дм³. Для этого 0,2930 г хлористого натрия, высушенного в сушильном шкафу при 120—125°С до постоянной массы, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Отмеривают микробюреткой 10 см³ раствора хлористого натрия в коническую колбу вместимостью 250 см³, затем добавляют 50 см³ воды, 1 см³ разбавленной 1 : 4 азотной кислоты, 4—5 капель индикатора дифенилкарбазона или смешанного индикатора и титруют раствором азотнокислой ртути (II) концентрации $C=0{,}025$ моль/дм³ до появления розовато-фиолетового окрашивания.

Поправочный коэффициент ($n$) к титру раствора азотнокислой ртути (II) концентрации $C=0{,}025$ моль/дм³ вычисляют по формуле

$$n=\frac{m\cdot 10}{100\cdot V\cdot 0{,}002923},$$

где $m$ — масса хлористого натрия, г;

10 — объем аликвотной части раствора, см³;

100 — объем раствора, см³;

$V$ — объем раствора азотнокислой ртути (II) концентрации $C=0{,}025$ моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,002923 — теоретическая масса хлористого натрия, соответствующая 1 см³ раствора азотнокислой ртути (II) концентрации $C=0{,}025$ моль/дм³, г.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Перед количественным определением содержания хлоридионов проводят качественную реакцию на присутствие их в водной вытяжке.

Для этого от основного раствора, полученного при определении массовой доли водорастворимых веществ в меле по ГОСТ 21138.1—85, отбирают в пробирку 3—4 см³, приливают 3—4 капли концентрированной азотной кислоты и несколько капель раствора

азотнокислого серебра. Если нет помутнения раствора, хлорид-ионы отсутствуют.

При наличии помутнения производят количественное определение хлорид-ионов.

Для этого от основного раствора отбирают пипеткой 100 см³ в коническую колбу вместимостью 250 см³. К раствору приливают 1 см³ разбавленной 1 : 4 азотной кислоты, 4—5 капель индикатора дифенилкарбазона или смешанного индикатора и титруют раствором азотнокислой ртути (II) из микробюретки до окрашивания раствора в бледно-розовый цвет с фиолетовым оттенком.

Одновременно проводят контрольный опыт. Для этого отбирают пипеткой 100 см³ дистиллированной воды в коническую колбу вместимостью 250 см³. К раствору приливают 1 см³ разбавленной 1 : 4 азотной кислоты, 4—5 капель индикатора дифенилкарбазона или смешанного индикатора и титруют раствором азотнокислой ртути (II) из микробюретки до окрашивания раствора в бледно-розовый цвет с фиолетовым оттенком.

При слабо заметной окраске приливают еще 2—3 капли индикатора и, если окраска усиливается, титрование считают законченным.

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю хлорид-ионов в водной вытяжке ($X$) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}001773 \cdot n \cdot V_2 \cdot 100}{V_3 \cdot m},$$

где $V$ - объем раствора азотнокислой ртути (II) концентрации $C = 0{,}025$ моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

$V_1$ — объем раствора азотнокислой ртути (II) концентрации $C = 0{,}025$ моль/дм³, израсходованный на титрование контрольного опыта, см³;

0,001773 — масса хлора, соответствующая 1 см³ раствора азотнокислой ртути (II) концентрации $C = 0{,}025$ моль/дм³, г;

$n$ — поправочный коэффициент к титру раствора азотнокислой ртути (II) концентрации $C = 0{,}025$ моль/дм³, определяемый по п. 2.1;

$V_2$ — объем всей водной вытяжки, см³;

$V_3$ — объем аликвотной части водной вытяжки, см³;

$m$ — масса навески пробы мела, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать 0,002% — при массовой доле хлорид-ионов в водной вытяжке до 0,01% и 0,003% — при массовой доле хлорид-ионов в водной вытяжке от 0,01 до 0,04%.

gost.e-ecolog.ru