УДК 622.355.5 : 546.711.06 : 006.354 Группа А49

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МЕЛ

Метод определения массовой доли марганца

Chalk. Method for determination of manganese mass fraction

ГОСТ 21138.9—78

Срок действия с 01.07.79
до 01.01.94

Настоящий стандарт распространяется на природный мел и устанавливает фотоколориметрический метод определения массовой доли марганца.

Метод основан на окислении двухвалентного марганца надсернокислым аммонием в азотнокислом растворе в присутствии катализатора азотнокислого серебра в марганцовую кислоту и фотометрировании окрашенного раствора.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

фотоэлектроколориметр или спектрофотометр любого типа;

баню водяную;

аммоний надсернокислый (персульфат) по ГОСТ 20478—75;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—77 и разбавленную 1 : 1;

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

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75;

стандартные растворы марганцовокислого калия;

раствор А, приготовленный следующим образом: 0,1438 г марганцовокислого калия растворяют в воде в мерной колбе вмести-

gost.e-ecolog.ru

мостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 0,00005 г марганца;

раствор Б, приготовленный следующим образом: 50 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора Б содержит 0,000025 г марганца.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Построение градуировочного графика

3.1.1. В мерные колбы вместимостью 50 см³ отмеривают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 и 8,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000025; 0,000005; 0,000075; 0,00010; 0,000125; 0,00015; 0,000175 и 0,0002 г марганца. Каждую колбу доливают водой до метки. Затем из каждой колбы отбирают пипеткой аликвотную часть раствора объемом 25 см³, помещают в стаканы вместимостью 100 см³, приливают по 2 см³ раствора азотнокислого серебра, прибавляют по 0,5 г персульфата аммония и нагревают на водяной бане до появления постоянной окраски красно-фиолетового цвета.

3.1.2. Растворы охлаждают до комнатной температуры и измеряют оптическую плотность на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр со светопропусканием 560—575 нм (зеленый светофильтр), в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 20 мм.

В качестве раствора сравнения применяют воду со всеми реактивами, применяемыми в ходе анализа.

Для построения градуировочного графика берут среднее арифметическое результатов трех измерений оптической плотности каждого стандартного раствора.

По полученным средним значениям оптической плотности растворов и известным значениям содержания марганца строят градуировочный график.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску мела массой 5 г помещают в стакан вместимостью 150—300 см³, смачивают 15 см³ воды, стакан закрывают часовым стеклом и прибавляют при нагревании 15—20 см³ разбавленной 1 : 1 азотной кислоты. Полученный раствор кипятят в течение 3—5 мин до полного растворения мела и фильтруют в мерную колбу вместимостью 250 см³. Фильтр и стакан, в котором производилось растворение, промывают 3—4 раза кипящей водой. Промывные воды присоединяют к основному фильтрату, доливают водой до метки и перемешивают.

4.2. Отбирают пипеткой аликвотную часть раствора объемом 25 см³ в стакан вместимостью 100 см³, приливают 2 см³ раствора азотнокислого серебра, прибавляют 0,5 г персульфата аммония и нагревают на водяной бане до появления устойчивой окраски красно-фиолетового цвета.

4.3. Раствор охлаждают до комнатной температуры и измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, как указано в п. 3.1.2.

По величине оптической плотности анализируемого раствора устанавливают содержание марганца по градуировочному графику.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю марганца (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m},$$

где m_1 — масса марганца, найденная по градуировочному графику, г;

V — объем исходного раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески пробы, г.

5.2. При вычислении результатов анализа окончательный результат округляют до четвертого десятичного знака.

5.3. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должно превышать 0,0009%.

5.2, 5.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством промышленности строительных материалов СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Н. А. Могиленко (руководитель темы), **Х. Х. Уузмый, 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 13148—67**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1277—75	2.1
ГОСТ 4461—77	2.1
ГОСТ 20478—75	2.1
ГОСТ 20490—75	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 № 2554

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ** (июнь 1990 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1988 г. (ИУС 11—88)

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 21138.5—78 Мел. Метод определения массовой доли углекислого кальция и углекислого магния 1

ГОСТ 21138.6—78 Мел. Метод определения массовой доли нерастворимого в соляной кислоте остатка 6

ГОСТ 21138.7—78 Мел. Метод определения массовой доли суммы полуторных оксидов железа и алюминия 9

ГОСТ 21138.8—78 Мел. Метод определения массовой доли оксида железа III 12

ГОСТ 21138.9—78 Мел. Метод определения массовой доли марганца . 16

Редактор *Т. В. Смыка*
Технический редактор *Л. В. Сницарчук*
Корректор *Г. И. Чуйко*

Сдано в наб. 18.05.90 Подп. в печ. 10.08.90 1,25 усл. п. л. 1,5 усл. кр.-отт. 0,95 уч.-изд. л. Тираж 5000 Цена 20 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., д. 3.
Ідательства стандартов, ул. Даяус и Гирено, 39. Зак. 955.

gost.e-ecolog.ru