ГОСТ 21216.6—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЫРЬЕ ГЛИНИСТОЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ В ВОДНОЙ ВЫТЯЖКЕ

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ

Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Госстандартом России

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1993 г.

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Госдепартамент Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 02.06.94 № 160 межгосударственный стандарт ГОСТ 21216.6—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 01.01.95

4 ВЗАМЕН ГОСТ 21216.6—81

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен на территории Российской Федерации в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

УДК 666.32:343.06:006.354 Группа А59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЫРЬЕ ГЛИНИСТОЕ

Метод определения кальция и магния в водной вытяжке

Clay raw materials. Method for determination of calcium and magnesium in water extract

ГОСТ 21216.6—93

ОКСТУ 0709

Дата введения 01.01.95

Настоящий стандарт устанавливает объемный комплексонометрический метод определения кальция и магния в водной вытяжке глинистого сырья для керамической промышленности.

Метод основан на титровании кальция раствором трилона Б в присутствии индикатора флуорексона в щелочной среде при pH — —12—13 и магния в сумме с кальцием в присутствии индикатора хром темно-синего или эрнохром-черного Т в щелочной среде при pH 10.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Метод отбора проб и общие требования к методу определения кальция и магния в водной вытяжке — по ГОСТ 21216.0.

2. СРЕДСТВА АНАЛИЗА

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру 105—110 °С.

Мешалка магнитная МН-3 или любой другой конструкции.

Весы лабораторные 4-го класса точности.

Конические колбы вместимостью 300, 1000 см³.

Колба Бунзена.

Воронка Бюхнера.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Калия гидроксид по ТУ 6—09—50—2322—77, раствор 200 г/дм³. После отстаивания раствор фильтруют в бутыль, защищенную от воздуха.

Издание официальное

Флуорексон, сухая смесь с хлористым калием в соотношении 1:50.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Индикатор кислотный хром темно-синий или эрнохром черный Т.

Сухая смесь с хлористым калием в соотношении 1:50.

Аммиачный буферный раствор с pH 10, приготовленный следующим образом: 67,5 г хлористого аммония растворяют в 570 см³ аммиака в мерной колбе вместимостью 1000 см³, доливают до метки и перемешивают.

Соль динатриевая этилендиамин N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, 0,05 моль/дм³. Раствор, приготовленный с помощью стандарт-титра.

3 ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Подготовка к анализу — по ГОСТ 21216.0.

3.2. Для проведения анализа берут навеску глинистого сырья массой 100 г на 1 дм³ воды.

Масса навески может быть уменьшена при условии выполнения соотношения навески и воды 1:10.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску глинистого сырья помещают в коническую колбу вместимостью 1000 см³, приливают свежекипяченую воду, закрывают пробкой и взбалтывают на магнитной мешалке или вручную в течение 15 мин.

Раствор оставляют для отстаивания на 24 ч. Затем фильтруют под вакуумом через воронку Бюхнера с двойным фильтром «синяя лента» в колбу Бунзена. Осадок отбрасывают. Раствор (основной раствор) используют для определения кальция, магния, сульфат ионов и хлор-ионов.

4.2. Для определения кальция отбирают аликвотную часть основного раствора в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 50 см³ воды, 10 см³ раствора гидроксида калия, флуорексона на кончике шпателя и титруют раствором трилона Б до изменения окраски раствора от зеленой флуоресцирующей до розовой. Объем аликвотной части зависит от концентрации кальция в растворе.

4.3. Для определения суммы кальция и магния от основного раствора отбирают аликвотную часть в коническую колбу вместимостью 300 см³, прибавляют 50 см³ воды, 5 см³ аммиачного буферного раствора, индикатора кислотного хром темно-синего (или эр-

нохрома черного Т) на кончике шпателя и титруют раствором трилона Б до изменения окраски от винно-красного до синего.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Концентрацию кальция (X), мг-экв/дм³ или мг-экв/100 г сухого вещества, вычисляют по формуле

$$X = V_1 \cdot K \cdot N,$$

где V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на потребление, см³;

K — коэффициент пересчета на объем 1 л воды;

N — нормальность раствора трилона Б.

5.2. Концентрацию магния (X), мг-экв/дм³ или мг-экв/100 г сухого вещества, вычисляют по формуле

$$X = (V_2 - V_1) \cdot N \cdot K,$$

где V_1 — объем трилона Б, израсходованный на титрование кальция, см³;

V_2 — объем трилона Б, израсходованный на титрование суммы кальция и магния;

K — коэффициент пересчета на объем исходного раствора;

N — нормальность раствора трилона Б.

5.3. Расхождение результатов параллельных определений не должно превышать значений, указанных в табл. 1 и 2.

5.4. Если расхождение результатов параллельных определений превышает приведенное значение, определение повторяют.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Таблица 1

Массовая доля кальция, мг-экв/дм³	Допускаемое расхождение, мг-экв/дм³
До 0,2	0,02
Св. 0,2 до 1,0	0,05
» 1,0	0,1

Таблица 2

Массовая доля магния, мг-экв/дм³	Допускаемое расхождение, мг-экв/дм³
До 0,1	0,01
Св. 0,1 до 1,0	0,03
» 1,0	0,06

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	2.1
ГОСТ 3760—79	2.1
ГОСТ 3773—72	2.1
ГОСТ 10652—73	2.1
ГОСТ 21216.0—93	3.1; 3.1
ТУ 6—09—50—2322—77	2.1

gost.e-ecolog.ru