ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

МЕЛ ХИМИЧЕСКИ ОСАЖДЕННЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 8253—79

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 666.923.2 : 006.354 Группа Р14

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МЕЛ ХИМИЧЕСКИ ОСАЖДЕННЫЙ

Технические условия

ГОСТ 8253—79

Chemically precipitated calcium carbonate. Specifications

ОКП 21 6923

Срок действия с 01.07.81
до 01.07.96

Настоящий стандарт распространяется на химически осажденный мел, предназначенный для пищевой, парфюмерно-косметической, медицинской, резинотехнической, химической и других отраслей промышленности.

Формула $CaCO_3$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1977 г.) — 100,09.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Химически осажденный мел должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологической документации, утвержденной в установленном порядке.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1.2. По физико-химическим показателям химически осажденный мел должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1979
© Издательство стандартов, 1990
Переиздание с Изменениями

Наименование показателя	Норма	
	Первый сорт	Второй сорт
	ОКП 21 6925 0330	ОКП 21 6925 0340
1. Белизна, %, не менее	93	Не нормируется
2. Массовая доля углекислого кальция и углекислого магния в пересчете на углекислый кальций, %, не менее	98,5	97,0
3. Массовая доля свободной щелочи в пересчете на окись кальция, %, не более	0,03	0,05
4. Массовая доля веществ, не растворимых в соляной кислоте, %, не более	0,1	0,3
в том числе массовая доля песка, %, не более	0,014	Не нормируется
5. Массовая доля полуторных окислов железа и алюминия, %, не более	0,4	0,7
в том числе массовая доля железа в пересчете на Fe_2O_3, %, не более	0,1	0,3
6. Массовая доля марганца, %, не более	0,01	Не нормируется
7. Массовая доля меди, %, не более	0,0005	То же
8. Массовая доля влаги, %, не более	0,5	1,5
9. Остаток после просева на сите с сеткой № 0045К по ГОСТ 6613—86, %, не более	0,4	1,0
10. Насыпная плотность, г/см³, не более	0,25	0,4

Примечания:

1. Химически осажденный мел, изготовляемый для электронной, кабельной и резинотехнической промышленности, не должен содержать железа, извлекаемого магнитом; остаток на сите с сеткой № 014К по ГОСТ 6613—86 — не более 0,005%. Химически осажденный мел для кабельной промышленности должен изготовляться с массовой долей водорастворимых веществ не более 0,1%, в том числе сульфатов в пересчете на сульфат-йон не более 0,03%.

2. По согласованию с потребителем допускается изготовление химически осажденного мела первого сорта с белизной не менее 90% и насыпной плотностью не более 0,3 г/см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Химически осажденный мел пожаро- и взрывобезопасен, нетоксичен.

2.2. Высокая дисперсность частиц химически осажденного мела способствует длительному ее нахождению в виде пыли в воздухе производственных помещений, а также быстрому проникновению частиц в органы дыхания. ПДК воздуха рабочей зоны по ГОСТ 12.1.005—88 — 6 мг/м³, класс опасности — 4.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.3. Работы с химически осажденным мелом обслуживающий персонал должен выполнять в спецодежде, спецобуви и респираторах, в соответствии с действующими типовыми отраслевыми нормами, утвержденными в установленном порядке.

2.4. Производственные помещения и лаборатории, в которых проводятся работы с химически осажденным мелом, должны быть оборудованы приточно-вытяжной механической вентиляцией.

2.5. Подготовку проб химически осажденного мела для анализа необходимо проводить в вытяжном шкафу.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Химически осажденный мел принимают партиями. Партией считают продукт, однородный по своим показателям качества, оформленный одним документом о качестве, массой не более 100 т.

Документ о качестве должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя или его товарный знак;

наименование и сорт продукта;

номер партии;

дату изготовления;

массу нетто;

обозначение настоящего стандарта;

шифр группы;

результаты проведенных анализов.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.2. Для контроля качества химически осажденного мела отбирают 3% мешков, но не менее трех мешков при партии, состоящей менее чем из 100 мешков. Для контроля качества продукта, упакованного в специализированные мягкие контейнеры, пробу отбирают от каждого пятого контейнера.

Допускается у изготовителя отбирать пробы из движущегося потока в момент упаковывания продукции.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ на удвоенной выборке. Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

3.4. Определение белизны, массовой доли меди и марганца на предприятиях изготовители проводят по требованию потребителей.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Отбор проб

4.1.1. Точечные пробы отбирают щупом, погружая его на $^3/_4$ глубины мешка.

Масса точечной пробы должна быть не менее 0,2 кг.

Масса точечной пробы при отборе проб из движущегося потока должна быть не менее 0,2 кг от 5 т.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.1.2. Отобранные точечные пробы соединяют в объединенную пробу, тщательно перемешивают и сокращают методом квартования до средней пробы массой не менее 0,6 кг.

Полученную среднюю пробу помещают в сухую стеклянную банку с притертой пробкой или полиэтиленовый мешочек, которые должны быть герметичными.

На банку или полиэтиленовый мешочек наклеивают или прикрепляют этикетку со следующими обозначениями: наименования предприятия-изготовителя, наименования продукта, номера партии и даты отбора пробы.

4.2. Для проведения анализа и приготовления растворов применяют реактивы квалификации «химически чистый», «чистый для анализа» или «особо чистый».

Допускается использование импортных реактивов по качеству не ниже отечественных.

Допускается применение аналогичной, в том числе импортной, аппаратуры и лабораторной посуды с техническими и метрологическими характеристиками не ниже указанных в стандарте.

Допускается применение других методов анализа, обеспечивающих установленные настоящим стандартом допускаемые расхождения между результатами параллельных определений. При разногласиях в оценке показателя качества анализ проводят методами, указанными в настоящем стандарте.

При высушивании и прокаливании продукта постоянство массы считается достигнутым, если разница между результатами предыдущего и последующего взвешиваний не превышает 0,0005 г.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.3. Определение белизны

4.3.1. *Аппаратура*

Компаратор цвета фотоэлектрический ФКЦШ-М или лейкометр Цейсса.

4.3.2. *Проведение анализа*

Анализируемый мел засыпают в кювету и уплотняют встряхиванием. Поверхность мела выравнивают и сглаживают с плоскостью края кюветы стеклянной пластинкой.

Настройку прибора и измерения производят в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

При использовании лейкометра белизну в процентах определяют непосредственно по измерительному барабану с использованием зеленого светофильтра.

При определении белизны на компараторе цвета ФКЦШ-М измерения проводят методом последовательного сопоставления коэффициентов отражения исследуемого образца и образца сравнения с третьим вспомогательным образцом, близким по цвету к первым двум. Образец сравнения входит в комплект прибора и необходим для компенсации световых потоков. Измерения проводят при зеленых светофильтрах № 2 и 5. Полученные отсчеты представляют собой отношения коэффициентов отражения двух сравнительных образцов.

4.3.3. *Обработка результатов*

Белизну (X) в процентах по отношению к коэффициенту отражения абсолютного отражателя, принимаемого за 100%, вычисляют по формуле

$$X=\frac{(n_2+n_5)\varrho}{2\cdot 100},$$

где ϱ — коэффициент отражения образца сравнения;

n_2 и n_5 — отсчеты по шкале измерительной диафрагмы при светофильтрах № 2 и 5;

2 — количество измерений.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5%.

4.4. Определение массовой доли углекислого кальция и углекислого магния в пересчете на углекислый кальций

4.4.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 2-го и 3-го классов точности с наибольшими пределами взвешивания 200 и 500 г соответственно.

Гири Г-2—210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328—82.

Бюретка 3—1—25—0,1 по ГОСТ 20292—74 или 3—2—25—0,1 с аттестованным значением поправки к номинальному объему.

Колбы мерные 1—500 и 1—100(1000)—2 по ГОСТ 1770—74.

Колбы Кн-2—500 ТС по ГОСТ 25336—82.

Стакан Н-1—300 (400, 1000) ТС по ГОСТ 25336—82.

Чаша выпарительная по ГОСТ 9147—80.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336—82.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры мерные 1—10 (25, 100, 250, 500) по ГОСТ 1770—74.

Плитка электрическая закрытого типа ЭПШ-1—08/220 по ГОСТ 14919—83.

Воронка лабораторная по ГОСТ 25336—82.

Стекла часовые.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147—80.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор, разбавленный по объему 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 плотностью 1,4 г/см³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор с массовой долей 25%.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Аммоний сернистый (раствор).

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, высший сорт.

Цинк по ГОСТ 3640—79 марки ЦВ или ЦО, раствор молярной концентрации точно c (Zn^{2+})=0,025 моль/дм³; готовят по ГОСТ 10398—76, п. 3, при этом масса навески цинка 1,6345 г после растворения разбавляется в мерной колбе 1—1000—1.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор молярной концентрации c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) = 0,05 моль/дм³, готовят по ГОСТ 10398—76, п. 3. Поправочный коэффициент раствора трилона Б устанавливают по методике ГОСТ 10398—76 по раствору цинка молярной концентрации точно 0,025 моль/дм³, отбирая пипеткой 50 см³ раствора цинка, добавляя 5 см³ буферного раствора (I) и 45 см³ воды с применением индикатора эриохрома черного Т.

Поправочный коэффициент раствора трилона Б (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{50}{V \cdot 2},$$

где V — объем раствора трилона Б концентрации c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) = 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³.

Буферный раствор (I) с pH 9,5—10, готовят следующим образом: 54 г хлористого аммония растворяют в 200 см³ воды, к полученному раствору прибавляют 350 см³ аммиака и доводят объем раствора водой до 1000 см³.

Эриохром черный Т (хромоген черный ЕТ-00), индикаторная смесь, готовят в соотношении 1 : 100 следующим образом: 0,25 г индикатора взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака), растирают в ступке с 25 г хлористого натрия или хлористого калия.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Буферный раствор (II), готовят следующим образом: 67 г хлористого аммония растворяют при нагревании в 150 см³ воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют

570 см³ аммиака, 25 см³ раствора сернистого аммония, доводят водой до метки и перемешивают.

Хром темно-синий (индикатор) по ГОСТ 14091—78, раствор индикатора готовят следующим образом: 0,5 г хрома темно-синего растворяют при растирании в 10 см³ аммиачного буферного раствора (I) и объем раствора доводят этиловым спиртом до 100 см³.

Метиловый красный по ТУ 6—09—5169—84, раствор с массовой долей индикатора 0,1%.

Силикагель технический по ГОСТ 3956—76, высушенный при 150—180°С в течение 3—5 ч, или кальций хлористый, прокаленный при 250—300°С.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.4.2. *Проведение анализа*

2,0—2,1 г мела взвешивают, результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака, переносят в стакан вместимостью 300—400 см³, смачивают 10—15 см³ воды, и, прикрыв часовым стеклом, постепенно приливают раствор соляной кислоты до прекращения выделения углекислоты, затем дают избыток кислоты (3—5 см³) и кипятят раствор до полного растворения навески. После этого раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, охлаждают, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Для титрования в коническую колбу вместимостью 500 см³ отбирают 25 см³ раствора, разбавляют водой до 200 см³, добавляют одну каплю раствора метилового красного и нейтрализуют аммиаком, приливают 10 см³ буферного раствора (2), 8—10 капель раствора хрома темно-синего или 10 см³ буферного раствора (1) и около 0,1 г (на кончике шпателя) индикаторной смеси эриохрома черного Т и титруют раствором трилона Б до изменения винно-красной окраски в синюю или зеленую.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.4.3. *Обработка результатов*

Массовую долю углекислого кальция и углекислого магния в пересчёте на углекислый кальций (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot K \cdot 0{,}005005 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 25},$$

где V — объем раствора трилона Б концентрации c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) = 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование кальция и магния, см³;

0,005005 — масса углекислого кальция, соответствующая 1 см³ раствора трилона Б концентрации точно c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \times 2H_2O$) = 0,05 моль/дм³, г;

K — поправочный коэффициент раствора трилона Б концентрации c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) = 0,05 моль/дм³;

m — масса навески мела, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,25%, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.5. Определение массовой доли свободной щелочи в пересчете на окись кальция

4.5.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Гири Г-2—210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328—82.

Плитка электрическая закрытого типа ЭПШ-1—08/220 по ГОСТ 14919—83.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336—82.

Стакан Н-1—300 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр мерный 1—100 по ГОСТ 1770—74.

Колба Кн-2—250 ТС по ГОСТ 25336—82.

Воронка лабораторная по ГОСТ 25336—82.

Фильтр обеззоленный «синяя лента».

Бюретка 6—2—5—0,02 по ГОСТ 20292—74.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм³.

Фенолфталеин по ТУ 6—09—5360—85, спиртовой раствор с массовой долей индикатора 0,1%.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, высший сорт.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, свежепрокипяченная

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.5.2. *Проведение анализа*

5,0—5,1 г мела взвешивают, результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака, переносят в сухой стакан вместимостью 200—300 см³ с предварительно нанесенной меткой 100 см³, приливают 100 см³ кипящей воды. Полученную суспензию перемешивают стеклянной палочкой и кипятят при перемешивании в течение 15 мин, добавляя кипящую воду до объема 100 см³. Затем фильтруют через сухой плотный фильтр «синяя лента», собирая фильтрат в колбу вместимостью 250 см³. К фильтрату приливают 2—3 капли раствора фенолфталеина и титруют из бюретки раствором соляной кислоты до исчезновения розовой окраски раствора.

4.5.3. *Обработка результатов*

Массовую долю свободной щелочи в пересчете на окись кальция (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V \cdot 0{,}0028 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора соляной кислоты концентрации точно c (HCl) = 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,0028 — масса окиси кальция, соответствующая 1 см³ раствора соляной кислоты концентрации точно c (HCl) = 0,1 моль/дм³, г;

m — масса навески мела, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20%, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

4.5.2, 4.5.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

4.6 Определение массовой доли веществ, не растворимых в соляной кислоте

4.6.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 2-го и 3-го классов точности с наибольшими пределами взвешивания 200 и 500 г соответственно.

Гири Г-2—210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328—82.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336—82.

Стакан Н-1—300 (400) ТС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры мерные 1-10(100) по ГОСТ 1770—74.

Плитка электрическая закрытого типа ЭПШ 1—08/220 по ГОСТ 14919—83.

Тигли низкие 3 или 4 по ГОСТ 9147—80.

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева 150—180°С.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева 850—900°С.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Часовое стекло.

Воронка лабораторная по ГОСТ 25336—82.

Фильтры обеззоленные «синяя лента».

Силикагель по ГОСТ 3956—76, высушенный при температуре 150—180°С в течение 3—5 ч, или кальций хлористый, прокаленный при 250—300°С.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор, разбавленный по объему 1 : 2.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой долей 1%.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.6.2. *Проведение анализа*

10—10,5 г мела взвешивают, результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака, переносят в стакан вместимостью 300—400 см³, приливают 50 см³ воды и, прикрыв стакан часовым стеклом, постепенно добавляют раствор соляной кислоты до прекращения выделения углекислоты, затем дают избыток 3—5 см³ кислоты, кипятят несколько минут до полного выделения углекислоты и фильтруют через плотный фильтр «синяя лента». Осадок промывают водой, нагретой до кипения, до отрицательной реакции на ион хлора (проба с раствором азотнокислого серебра). Промытый осадок с фильтром помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы тигель, озоляют, прокаливают при 800—900°С до постоянной массы и после охлаждения в эксикаторе взвешивают. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.6.3. *Обработка результатов*

Массовую долю веществ, не растворимых в соляной кислоте, (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m},$$

где m_2 — масса тигля после прокаливания с остатком, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

m — масса навески мела, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20%, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.7. Определение массовой доли песка

4.7.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Гири Г-2—210 по ГОСТ 7328—82.

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева 150—180°С.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева 850—900°С.

Плитка электрическая закрытого типа ЭПШ 1—08/220 по ГОСТ 14919—83.

Стакан В-1—1000 (800) ТС по ГОСТ 25336—82.

Воронка фильтрующая ВФО ПОР 160 и ВФО ПОР 100 по ГОСТ 25336—82.

Тигли низкие 3 или 4 по ГОСТ 9147—80.

Фильтры обеззоленные «синяя лента».

Воронка лабораторная по ГОСТ 25336—82.

Силикагель технический по ГОСТ 3956—76, высушенный при 150—180°С в течение 3—5 ч, или кальций хлористый, прокаленный при 250—300°С.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор, разбавленный по объему 1 : 1.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой долей 1%.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.7.2. *Проведение анализа*

100,0–110,0 г мела взвешивают, результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака, переводят в *высокий стакан вместимостью 1 дм³ или 0,8 дм³ и осторожно* растворяют в разбавленной соляной кислоте (приливая ее небольшими порциями). Затем раствор нагревают до кипения. Осторожно заполняют стакан водой, дают 3—5 мин отстояться и декантируют верхний слой, оставляя половину содержимого стакана; эту операцию повторяют еще раз. Стакан помещают под кран водопровода, на кран предварительно надевают резиновую трубку, к которой присоединяют фильтрующую воронку. Струю отфильтрованной воды регулируют так, чтобы скорость истечения была 1 дм³ в 3 мин. Конец трубки с фильтрующей воронкой погружают в стакан на половину его глубины.

Содержимое стакана периодически (через 5–6 мин) перемешивают стеклянной палочкой. Образующийся тигель кремневой кислоты, который легко пристает к стенкам стакана, оттирают резиновым наконечником, что дает возможность удалить гель с промывной воды.

Воду пропускают до полного осветления жидкости, при этом вся основная масса анализируемой пробы удаляется через край стакана вместе с водой, а песок оседает на дно стакана. После этого верхний слой воды декантируют, оставляя $^1/_3$ содержимого стакана, и фильтруют.

Остаток на беззольном фильтре промывают водой до отрицательной реакции на хлор-ион (проба с раствором азотнокислого серебра), переносят в *предварительно прокаленный и взвешенный* тигель и прокаливают при 800—900°С до постоянной массы.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.7.3. *Обработка результатов*

Массовую долю песка (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m}$$

где m_2 — масса тигля после прокаливания с остатком, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

m — масса навески мела, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20%, при доверительной вероятности $P=0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.8. Определение массовой доли полуторных окислов железа и алюминия

4.8.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 2-го и 3-го классов точности с наибольшими пределами взвешивания 200 и 500 г соответственно.

Гири Г-2- 210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328—82.

Пипетка 2 1—25 по ГОСТ 20292—74 или 2—2—25 с аттестованным значением поправки к номинальному объему.

Бюретка 3—1(2)—25—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Колба мерная 1—1000—1(2) по ГОСТ 1770—74.

Цилиндры мерные 1—10(25, 100) по ГОСТ 25336—82.

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева 150—180°С.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336—82.

Стакан Н-1—300 ТС по ГОСТ 25336—82.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147—80.

Плитка электрическая закрытого типа ЭПШ-1—08/220 по ГОСТ 14919—83.

Воронка лабораторная по ГОСТ 25336—82.

Колба Кн-2—500 ТС по ГОСТ 25336—82.

Фильтры обеззоленные «белая лента».

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 плотностью 1,19 г/см³ и раствор, разбавленный по объему 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—78, раствор с массовой долей 20%.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, растворы с массовыми долями 25 и 10%.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72

Буферный раствор (I) с pH 9,5—10, готовят следующим образом: 54 г хлористого аммония растворяют в 200 см³ воды, к полученному раствору прибавляют 350 см³ аммиака и доводят объем раствора водой до 1000 см³.

Эриохром черный Т (хромоген черный ЕТ-00), индикаторная смесь, *готовят в соотношении 1 : 100 следующим образом:* 0,25 г индикатора взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), растирают в ступке с 25 г хлористого натрия или хлористого калия.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Цинк по ГОСТ 3640—79 марки ЦВ или ЦО, раствор молярной концентрации точно $c\ (Zn^{2+})=0{,}025$ моль/дм³, готовят по ГОСТ 10398—76 п. 3, при этом масса навески цинка — 1,6345 г.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор молярной концентрации $c\ (C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8\cdot 2H_2O)=0{,}025$ моль/дм³, готовят следующим образом: 9,3 г трилона Б растворяют в воде, если раствор мутный, его фильтруют, переносят в мерную колбу 1000 см³, доводят до метки водой, перемешивают.

Поправочный коэффициент раствора трилона Б (K) устанавливают по ГОСТ 10398- 76 по раствору соли цинка молярной концентрации 0,025 моль/дм³, отбирая пипеткой или бюреткой 25 см³ раствора цинка, 5 см³ буферного раствора (I) и 70 см³ воды с применением индикаторной смеси эриохрома черного Т.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, раствор с массовой долей 1%.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77.

Цинк уксуснокислый по ГОСТ 5823—78, раствор молярной концентрации $c\ [Zn(CH_3COO)_2\cdot 2H_2O]=0{,}025$ моль/дм³, готовят следующим образом: 5,5 г уксуснокислого цинка растворяют в 1000 см³ воды с добавлением 2 см³ уксусной кислоты. Коэффициент перевода объема раствора уксуснокислого цинка в кубических сантиметрах на объем раствора трилона Б (K_1) определяют следующим образом. Отбирают бюреткой 10 см³ раствора трилона Б, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³ и разбавляют водой до 100 см³. На кончике шпателя прибавляют индикаторную смесь ксиленолового оранжевого и по каплям раствор аммиака с массовой долей 10% до перехода окраски из желтой в фиолетовую, добавляют 15—20 см³ буферного раствора (II) и медленно, по каплям, при перемешивании, титруют раствором уксуснокислого цинка до первого изменения желтой окраски на розовую. Коэффициент перевода объема раствора уксуснокислого цинка на объем раствора трилона Б (K_1) вычисляют по формуле

$$K_1=\frac{10}{V},$$

где 10 — объем раствора трилона Б концентрации $c\ (C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8\cdot 2H_2O)=0{,}025$ моль/дм³, взятый для титрования соотношения, см³;

V — объем раствора уксуснокислого цинка концентрации c $[Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O] = 0{,}025$ моль/дм³, израсходованный на титрование введенного объема раствора трилона Б, см³.

Ксиленоловый оранжевый (индикатор), готовят следующим образом: смесь ксиленолового оранжевого с азотнокислым калием в соотношении 1 : 100 тщательно растирают в ступке.

Раствор буферный с pH 5,5 (II), готовят следующим образом: 96 см³ уксусной кислоты и 115 см³ аммиака разбавляют водой до 1000 см³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.8.2. *Проведение анализа*

5,0—5,1 г мела взвешивают, результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака, переносят в стакан вместимостью 300 см³, прибавляют 50 см³ воды, 20 см³ соляной кислоты, кипятят до полного растворения навески, прибавляют три капли азотной кислоты, кипятят 2—3 мин, прибавляют 4—5 г хлористого аммония и осаждают полуторные окислы раствором аммиака с массовой долей 25% в присутствии метилового оранжевого. Содержимое стакана доводят до кипения и осадок отфильтровывают через фильтр «белая лента», промывают 5—6 раз раствором азотнокислого аммония, затем 2—3 раза водой при полном заполнении воронки.

Осадок на фильтре растворяют горячим раствором соляной кислоты в коническую колбу вместимостью 500 см³, фильтр промывают несколько раз горячей водой (объем жидкости в колбе не должен превышать 100 см³).

Содержимое колбы нагревают до кипения, приливают 100 см³ воды (температура становится 50—60°С). Вводят 2—3 капли раствора сульфосалициловой кислоты и по каплям раствор аммиака с массовой долей 25% до перехода окраски от фиолетовой в желтоватую, прибавляют 2—3 капли соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³ до изменения окраски в фиолетовый цвет (pH ~ 2). Раствор перемешивают и титруют раствором трилона Б до обесцвечивания сульфосалицилатного комплекса железа. Отмечают число кубических сантиметров раствора трилона Б, израсходованное на титрование.

После оттитровывания железа в колбу для связывания алюминия в комплекс приливают из бюретки 10—20 см³ раствора трилона Б в зависимости от содержания алюминия в пробе. Раствор нагревают до кипения, охлаждают, прибавляют на кончике шпателя индикаторную смесь (раствор окрашивается в желтый цвет), прибавляют по каплям раствор аммиака с массовой долей 10% до перехода окраски в фиолетовый цвет, прибавляют 15—20 см³

буферного раствора (раствор окрашивается в желтый цвет) и титруют раствором уксуснокислого цинка до первого изменения окраски в розовый цвет.

4.8.3. *Обработка результатов*

Массовую долю железа в пересчете на Fe_2O_3 (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{V \cdot K \cdot 0{,}001996 \cdot 100}{m},$$

массовую долю алюминия в пересчете на Al_2O_3 (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{(V_2 - V_1 \cdot K_1) \cdot K \cdot 0{,}001275 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора трилона Б концентрации c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) = 0,025 моль/дм³, израсходованный на титрование железа, см³;

K — поправочный коэффициент раствора трилона Б концентрации c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) = 0,025 моль/дм³;

0,001996 — масса окиси железа, соответствующая 1 см³ раствора трилона Б концентрации c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) = 0,025 моль/дм³, г;

V_2 — объем раствора трилона Б концентрации c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) = 0,025 моль/дм³, введенный в пробу для связывания алюминия в комплекс, см³;

V_1 — объем раствора уксуснокислого цинка концентрации c [$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$] = 0,025 моль/дм³, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см³;

K_1 — коэффициент пересчета объема раствора уксуснокислого цинка концентрации c [$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$] = 0,025 моль/дм³ на объем раствора трилона Б концентрации c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) = 0,025 моль/дм³;

0,001275 — масса окиси алюминия, соответствующая 1 см³ раствора трилона Б концентрации точно c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \times 2H_2O$) = 0,025 моль/дм³, г;

m — масса навески, г.

Массовую долю полуторных окислов железа и алюминия (X_7) в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = X_5 + X_6.$$

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20%, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

4.8.2; 4.8.3. (Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.9. Определение массовой доли марганца

4.9.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 2-го и 3-го классов точности с наибольшими пределами взвешивания 200 и 500 г соответственно.

Гири Г-2—210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328—82.

Фотоэлектроколориметр типов ФЭК-56, ФЭК-60.

Колбы мерные 1—50(250, 1000)—2 по ГОСТ 1770—74.

Бюретка 6—2—5(10)—0,02 по ГОСТ 20292—74.

Пипетки 2—2—20(25) по ГОСТ 20292—74.

Цилиндры мерные 1—10(50) по ГОСТ 1770—74.

Плитка электрическая закрытого типа ЭПШ-1—08/220 по ГОСТ 14919—83

Стакан Н-1—100(300, 400) ТС по ГОСТ 25336—82.

Воронка лабораторная по ГОСТ 25336—82.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336—82.

Фильтры обеззоленные «синяя лента».

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор, разбавленный по объему 1 : 1.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор молярной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм³.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор молярной концентрации c ($^1/_5$ $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм³.

Раствор, содержащий марганец, готовят следующим образом: 9,1 см³ раствора марганцовокислого калия концентрации точно c ($^1/_5$ $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм³ при помощи бюретки помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают (раствор А). 1 см³ раствора А содержит 0,01 мг марганца. Раствор А готовят в день применения.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, свежепрокипяченная и охлажденная.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.9.2. *Построение градуировочного графика*

Готовят серию образцовых растворов, для этого в мерные колбы вместимостью 50 см³ вносят бюреткой: 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0; 11,0; 12,0 см³ раствора А, что соответствует 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06; 0,07; 0,08; 0,09; 0,10; 0,11; 0,12 мг марганца. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают. В качестве раствора сравнения используют воду. Измеряют оптическую плотность образцовых растворов по отношению к раствору сравнения на электрофотоколориметре с применением зеленого светофильтра (при длине волны 540 нм) в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержание марганца в образцовых раство-

рах в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.9.3. *Проведение анализа*

В зависимости от содержания марганца 5,0—10,0 г мела взвешивают, результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака, переносят в стакан вместимостью 300—400 см³, смачивают навеску водой, приливают 40 см³ раствора серной кислоты. Затем приливают 50 см³ горячей воды, содержимое стакана хорошо перемешивают стеклянной палочкой, дают осадку отстояться, отфильтровывают через фильтр «синяя лента» и промывают 3—4 раза горячей водой.

Фильтрат и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

20—25 см³ полученного фильтрата отбирают пипеткой в стакан вместимостью 100 см³, прибавляют 1 см³ раствора азотнокислого серебра, приблизительно 0,5 г надсернокислого аммония и нагревают до кипения. Растворы выдерживают 3—5 мин на столе для окончательного окисления марганца и переносят в мерные колбы вместимостью 50 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

В качестве раствора сравнения используют воду. Измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к раствору сравнения на фотоэлектроколориметре с применением зеленого светофильтра (при длине волны 540 нм) в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. Содержание марганца в анализируемом растворе находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.9.4. *Обработка результатов*

Массовую долю марганца (X_8) в процентах вычисляют по формуле

$$X_8 = \frac{m \cdot 250 \cdot 100}{1000\, m_1\, V},$$

где m — масса марганца, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем анализируемого раствора, взятый для определения, см³;

m_1 — масса навески мела, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20%, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.10. Определение массовой доли меди

4.10.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 2-го и 3-го классов точности с наибольшими пределами взвешивания 200 и 500 г соответственно.

Гири Г-2 210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328—82.
Фотоэлектроколориметр типов ФЭК-56 и ФЭК-60.
Колбы мерные 1—100(1000)—2 по ГОСТ 1770—74.
Цилиндры мерные 1—10 по ГОСТ 1770—74.
Пипетки 2—2—25(50) по ГОСТ 20292—74.
Бюретки 3—2—25—0,1 и 3—2 5(10)—0,02 по ГОСТ 20292—74.
Стакан Н-1—300 ТС по ГОСТ 25336—82.
Воронка ВД-100 по ГОСТ 25336—82.
Воронка лабораторная В-75 по ГОСТ 25336—82.
Бумага лакмусовая нейтральная.
Фильтры обеззоленные «белая лента».
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор, разбавленный по объему 1 : 1.
Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор с массовой долей 10%.
Натрий фосфорнокислый пиро по ГОСТ 342—77, раствор с массовой долей 5%.
Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор молярной концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,001 моль/дм^3.
Медь сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165—78.
Раствор меди, содержащий 1 мг Cu^{2+} в 1 см^3, готовят по ГОСТ 4212—76 (раствор А); 1 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят до метки раствором серной кислоты концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,001 моль/дм^3 (раствор Б); 1 см^3 раствора Б содержит 0,001 мг Cu^{2+} (годен в течение суток).
Хлороформ по ГОСТ 20015—88.
Диэтилдитиокарбамат свинца по ТУ 6—09—3901—75 (ДДК Рв), раствор с массовой долей 0,025% в хлороформе. Навеску ДДК Рв помещают в сухую колбу, смоченную хлороформом, крупники растирают стеклянной палочкой и разбавляют хлороформом до 100 см^3.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72. (Если вода по содержанию меди не соответствует ГОСТ 6709—72, все растворы для определения меди готовят на катионированной воде, полученной путем пропускания дистиллированной воды через колонку, заполненную техническим катионитом марки КЧ-2-ВЧС в Н-форме по ГОСТ 20298—74).

4.10.2. *Построение градуировочного графика*

Готовят серию растворов для градуировки. Для этого в делительную воронку вместимостью 100 см^3 пипеткой последовательно помещают 25 см^3 воды и из бюретки вносят соответственно 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0; 11,0; 12,0; 13,0; 14,0; 15,0 см^3 раствора Б, что соответствует содержанию Cu^{2+} массой 0,001; 0,002; 0,003; 0,004; 0,005; 0,006; 0,007; 0,008; 0,009; 0,010; 0,011; 0,012; 0,013; 0,014; 0,015 мг. В каждый раствор добавляют

по 2 см³ растворов соляной кислоты и пирофосфорнокислого натрия, перемешивая растворы после добавления каждого реагента, добавляют 5 см³ раствора ДДК Рв, встряхивают 1 мин.

После расслоения фаз нижнюю хлороформную часть сливают в сухой мерный цилиндр вместимостью 10 см³. Экстракцию повторяют с 5 см³ раствора ДДК Рв, сливая экстракт в тот же цилиндр, и доводят объем раствора до метки раствором ДДК Рв.

Одновременно готовят в удвоенном количестве (для наполнения двух кювет) контрольный раствор, не содержащий меди. Для этого отбирают пипеткой по 25 см³ воды, помещают в делительную воронку, подвергают экстракции, добавляя в той же последовательности все растворы. Экстракт сливают в сухой мерный цилиндр вместимостью 10 см³, доводят до метки раствором ДДК Рв. Экстракты последовательно переносят в кюветы, прикрывают стеклянными крышками. Через 5 мин измеряют оптическую плотность растворов для градуировки по отношению к контрольному раствору на фотоэлектроколориметре с применением синего светофильтра при длине волны 436 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массу меди в растворах для градуировки в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей (среднее арифметическое значение результатов трех параллельных определений).

4.10.3. *Проведение анализа*

В зависимости от массовой доли меди 10,0—20,0 г мела взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), переносят в стакан вместимостью 300 см³ и растворяют в соляной кислоте (40—80 см³ соответственно). Раствор нагревают до кипения, кипятят 2—3 мин, осторожно, по каплям, приливают раствор аммиака для осаждения гидроокиси железа и алюминия в присутствии лакмусовой бумаги, добавляя 4—5 капель избытка, выдерживают в теплом месте 3—5 мин для коагуляции осадка, охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Объем раствора в колбе доводят водой до метки, перемешивают и фильтруют, отбрасывая первые порции фильтрата. В делительную воронку отбирают пипеткой 25—50 см³ фильтрата, добавляя по 2 см³ растворов соляной кислоты и пирофосфорнокислого натрия, перемешивая растворы после каждого добавления, прибавляют 5 см³ раствора ДДК Рв, встряхивают 1 мин. После расслоения фаз нижний хлороформный слой сливают в сухой мерный цилиндр вместимостью 10 см³. Экстракцию повторяют с 5 см³ раствора ДДК Рв, сливая экстракт в тот же цилиндр, и доводят объем раствора до метки раствором ДДК Рв. Одновременно с пробой готовят в удвоенном

количестве (для наполнения двух кювет) контрольный раствор. Для этого объем раствора кислоты, взятый для растворения навески пробы, упаривают до объема 2—3 см³, нейтрализуют раствором аммиака по лакмусовой бумаге, добавляют 4—5 капель избытка, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой, перемешивают, фильтруют, отбрасывая первые порции фильтрата.

В делительную воронку последовательно отбирают пипеткой дважды по 25—50 см³ контрольного раствора в соответствии с количеством взятого анализируемого раствора и проводят экстракцию, добавляя все растворы в указанной последовательности и собирая экстракт в мерном цилиндре вместимостью 10 см³.

Экстракты переносят в кюветы, прикрывают стеклянными крышками. Через 5 мин измеряют оптическую плотность анализируемых растворов по отношению к контрольному на фотоэлектроколориметре с применением синего светофильтра при длине волны 436 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм.

Массу меди в анализируемом растворе находят по градуировочному графику.

4.10.4. *Обработка результатов*

Массовую долю меди (X_9) в процентах вычисляют по формуле

$$X_9 = \frac{m \cdot 100 \cdot 100}{m_1 \cdot V \cdot 1000},$$

где m — масса меди, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем анализируемого раствора, взятый для экстракции, см³;

m_1 — масса навески мела, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20%, при доверительной вероятности $P=0{,}95$.

4.10 (4.10.1—4.10.4) **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

4.11. Определение массовой доли влаги

4.11.1а. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Гири Г-2—210 по ГОСТ 7328—82.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336—82.

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева 150—180°С.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Силикагель по ГОСТ 3956—76, высушенный при 150—180°С в течение 3—5 ч, или кальций хлористый, прокаленный при 250—300°С.

4.11.1. *Проведение анализа*

5 - 10 г мела взвешивают, помещают в предварительно высушенный до постоянной массы стаканчик для взвешивания и высушивают в сушильном шкафу при 105– 110°С до постоянной массы. Стаканчик для взвешивания с высушенным остатком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Результаты всех взвешиваний в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

4.11.1а; 4.11.1. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

4.11.2. *Обработка результатов*

Массовую долю влаги (X_{10}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{10}=\frac{(m_1-m_2)\cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса стаканчика для взвешивания с мелом до высушивания, г;

m_2 — масса стаканчика для взвешивания с мелом после высушивания, г;

m — масса навески мела, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10%, при доверительной вероятности $P=0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.12. Определение остатка после просева на сите

4.12.1. *Аппаратура*

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Гири Г-3—210 по ГОСТ 7328–82.

Сита с сетками № 014К и № 0045К по ГОСТ 6613—86 диаметром 100 мм, высотой 35 мм.

Воронка фильтрующая ВР-1 ПОР 100 по ГОСТ 25336–82.

Палочка стеклянная с резиновым наконечником.

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева 150—180°С.

Стекло часовое.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.12.2. *Проведение анализа*

50,0–55,0 г мела взвешивают, результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака, переносят на сито и промывают слабой струей воды 2—5 дм³/мин, предварительно надев на кран резиновую трубку с фильтрующей воронкой. К концу промывку ускоряют, растирая стеклянной палочкой крупные комочки мела, не разбитые струей воды. Промывание закан-

чивают, когда проходящая жидкость перестает опалесцировать. Остаток собирают при помощи струи воды в центре сита и сушат вместе с ситом в сушильном шкафу при 150°С в течение 1 ч. После охлаждения остаток количественно переносят из сита на предварительно взвешенное часовое стекло и взвешивают, результат взвешивания записывают с точностью до третьего десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.12.3. *Обработка результатов*

Остаток после просева на сите (X_{11}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{11}=\frac{(m_1-m_2)\cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса часового стекла с остатком, г;

m_2 — масса часового стекла, г;

m — масса навески мела, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20%, при доверительной вероятности $P=0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.13. Определение насыпной плотности

4.13.1. *Аппаратура*

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Гири Г-3—210 по ГОСТ 7328—82.

Сито с сеткой № 0355К по ГОСТ 6613—86 диаметром 120—130 мм.

Цилиндр 1—500 по ГОСТ 1770—74 диаметром 50 мм, обрезанный до метки (50±2,5) см^3.

Кисть филеночная КФК 10—1 по ГОСТ 10597—87.

Воронка из белой жести с верхним диаметром 120 –130 мм, нижним — 50 мм, высотой 60—70 мм.

Линейка металлическая длиной 200 мм, шириной 20 мм.

Установка для определения насыпной плотности; собирают следующим образом: сито вставляют в воронку, воронку закрепляют на штативе, под воронку ставят измерительный цилиндр, расстояние от края воронки до цилиндра (30±2) мм.

4.13.2. *Проведение анализа*

Измерительный цилиндр взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака) и ставят под воронку.

На сито помещают 50—55 г мела и просеивают его в цилиндр с помощью кисти до образования над цилиндром конуса мела. Из-

лишек мела однократно срезают ребром линейки по уровню края цилиндра и цилиндр с мелом взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака).

4.13.3. *Обработка результатов*

Насыпную плотность (X_{12}), г/см³, вычисляют по формуле

$$X_{12}=\frac{m_1-m_2}{V},$$

где m_1 — масса цилиндра с мелом, г;

m_2 — масса пустого цилиндра, г;

V — объем цилиндра, см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10%, при доверительной вероятности $P=0,95$.

4.13 (4.13.1—4.13.3). **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

4.14. Определение массовой доли железа, извлекаемого магнитом

4.14.1. *Проведение анализа*

100,0—101,0 г мела взвешивают, результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака, переносят на гладкий лист бумаги, осторожно разравнивают деревянной линейкой на площади примерно 40×40 см². Пробу обрабатывают магнитом — проводят магнитом по всей поверхности мела, периодически перемешивая его.

Продукт считают соответствующим настоящему стандарту, если на магните будут отсутствовать прилипшие частицы железа.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.15. Определение массовой доли водорастворимых веществ

4.15.1. *Аппаратура и реактивы*

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 2-го и 3-го классов точности с наибольшими пределами взвешивания 200 и 500 г соответственно.

Гири Г-2—210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328—82.

Колба мерная 1—500—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетка 2—2—50 по ГОСТ 20292 –74.

Стакан В-1—400 ТС по ГОСТ 25336—82.

Баня воздушная, накрытая асбестом, или песчаная баня.

Воронка лабораторная по ГОСТ 25336—82.

Стекла часовые.

Эксикатор по ГОСТ 9147—80.

Чаша выпарительная по ГОСТ 9147—80.

Силикагель технический по ГОСТ 3956—76, высушенный при 150—180°С в течение 3—5 ч, или кальций хлористый, прокаленный при 250—300°С.

Фильтры обеззоленные «синяя лента».

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.15.2. *Проведение анализа*

50,0—55,0 г мела взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), переносят в стакан вместимостью 400 см³. Приливают 200 см³ воды, перемешивают стеклянной палочкой, нагревают до образования пены. Содержимое стакана перемешивают стеклянной палочкой (пена опускается), накрывают часовым стеклом и кипятят 10 мин. Затем содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, объем раствора в колбе доводят водой до метки, перемешивают и фильтруют через плотный фильтр «синяя лента», отбрасывая первые порции фильтрата (полученный фильтрат сохраняют для определения сульфатов).

В предварительно высушенную и взвешенную фарфоровую чашку вводят пипеткой 50 см³ фильтрата и выпаривают на песчаной или воздушной бане. Сухой остаток сушат до постоянной массы в сушильном шкафу при 105—110°С.

Чашку с остатком охлаждают в эксикаторе и взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.15.3. *Обработка результатов*

Массовую долю водорастворимых веществ (X_{13}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{13} = \frac{m_1 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 50},$$

где m_1 — масса высушенного остатка, г;

m — масса навески мела, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20%, при доверительной вероятности $P=0{,}95$.

4.16. Определение массовой доли сульфатов в пересчете на сульфат-ион

4.16.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 2-го и 3-го классов точности с наибольшими пределами взвешивания 200 и 500 г соответственно.

Гири Г-2—210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328—82.

Колба мерная 1—100(1000) по ГОСТ 1770—74.

Пипетка 2—2—10(25, 50) по ГОСТ 20292—74.

Бюретка 3—2—25—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндры мерные 1—10(500) по ГОСТ 1770—74.

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56 или ФЭК-60.

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева 105—110°С.

Стакан 1—1000(2000) ТС по ГОСТ 25336—82.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72.

Глицерин по ГОСТ 6259—75.

Кондиционирующий раствор, готовят следующим образом: в 500 см³ воды растворяют 120 г хлористого натрия, добавляют 10 см³ соляной кислоты, 500 см³ глицерина и 50 г хлористого бария, тщательно перемешивают. Раствор годен в течение двух недель.

Раствор сульфата натрия, содержащий 1 мг SO_4^{2-} в 1 см³, готовят по ГОСТ 4212—76 (раствор А). 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки и перемешивают (раствор Б). 1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг SO_4^{2-} (годен в течение суток).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.16.2. *Построение градуировочного графика*

Готовят серию образцовых растворов, для этого в колбы вместимостью 100 см³ отбирают бюреткой 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0 см³ раствора Б. Растворы в колбах разбавляют водой до предварительно установленной на колбе метки 50 см³, прибавляют 10 см³ кондиционирующего раствора, перемешивают в течение 1 мин.

Полученные образцовые растворы содержат соответственно 0,25; 0,50; 0,75; 1,00; 1,25; 1,50 мг SO_4^{2-}.

Одновременно готовят раствор сравнения, не содержащий сульфат-ион, следующим образом: 50 см³ воды и 10 см³ кондиционирующего раствора помещают в колбу вместимостью 100 см³, перемешивают. Через 5 мин снова перемешивают в течение 15 с и сразу же измеряют оптическую плотность образцовых растворов по отношению к раствору сравнения на фотоэлектроколориметре с применением синего светофильтра (при длине волны 434 нм) в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержание сульфат-иона в образцовых растворах в миллиграммах, а на оси ординат - соответствующие им значения оптических плотностей.

4.16.3. *Проведение анализа*

50 см³ раствора (или 25 см³ при содержании сульфат-иона более 0,03%), полученного по п. 4.15.2, пипеткой переносят в коническую колбу, вместимостью 100 см³, прибавляют 10 см³ кондиционирующего раствора, перемешивают в течение 1 мин.

Одновременно готовят раствор сравнения, как и при построении градуировочного графика.

Через 5 мин (после перемешивания в течение 15 с) измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к раствору сравнения на фотоэлектроколориметре с применением синего светофильтра (при длине волны 434 нм) в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

Содержание сульфат-иона в анализируемом растворе находят по градуировочному графику.

4.16.4. *Обработка результатов*

Массовую долю сульфатов в пересчете на сульфат-ион (X_{14}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{14} = \frac{m \cdot 500 \cdot 100}{m_1 \cdot 1000 V},$$

где m — масса сульфат-иона, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем анализируемого раствора, см^3;

m_1 — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20%, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.17; 4.17.1; 4.17.2. **(Исключены, Изм. № 1).**

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Химически осажденный мел упаковывают в четырех- или пятислойные бумажные мешки марки НМ или четырехслойные битумированные мешки марки БМ, или четырехслойные ламинированные мешки марки ПМ (ГОСТ 2226—88), или в мягкие специализированные контейнеры разового использования и многооборотные типов МКР-1,0 С; МКР-1,0 М; МК-1,0 Л и МК-1,5 Л.

Химически осажденный мел, упакованный в мешки, транспортируют пакетами, средства скрепления — по ГОСТ 21650—76. Габаритные размеры и масса брутто транспортного пакета должны соответствовать ГОСТ 24597—81.

Масса мешка с продуктом — от 20 до 30 кг.

Мешки с открытой горловиной зашивают машинным способом в соответствии с рекомендуемым приложением к ГОСТ 2226—88.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

5.2. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77.

На каждый мешок или контейнер наносят следующие данные об упакованной продукции:

наименование предприятия-изготовителя или его товарный знак;

наименование и сорт продукта;
номер партии;
обозначение настоящего стандарта;
манипуляционный знак «Боится сырости».
(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.3. **(Исключен, Изм. № 1).**

5.4. Химически осажденный мел транспортируют железнодорожным и автомобильным видами транспорта в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на транспорте данного вида.

Транспортирование упакованного продукта по железной дороге осуществляют повагонными отправками.

Специализированные мягкие контейнеры по железной дороге перевозят на открытом подвижном составе.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

5.5. Химически осажденный мел хранят в крытых складских помещениях.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель должен гарантировать соответствие химически осажденного мела требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.2. Гарантийный срок хранения химически осажденного мела 12 месяцев со дня изготовления продукта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Б. А. Шихов, Е. Ф. Дубрава, Н. В. Щепачева, А. К. Валиуллин, И. П. Книгавко

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.01.79 № 289

3. ВЗАМЕН ГОСТ 8253—72

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.005—88	2.2
ГОСТ 61—75	4.8.1
ГОСТ 342—77	4.10.1
ГОСТ 1277—75	4.6.1, 4.7.1, 4.9.1
ГОСТ 1770—74	4.4.1, 4.5.1, 4.6.1, 4.8.1, 4.9.1, 4.10.1, 4.13.1, 4.15.1, 4.16.1
ГОСТ 2226—88	5.1
ГОСТ 3118—77	4.4.1, 4.5.1, 4.6.1, 4.7.1, 4.8.1, 4.10.1, 4.16.1
ГОСТ 3640—79	4.4.1, 4.8.1
ГОСТ 3760—79	4.4.1, 4.8.1, 4.10.1
ГОСТ 3773—72	4.4.1, 4.8.1
ГОСТ 3956—76	4.4.1, 4.6.1, 4.7.1, 4.11.1а, 4.15.1
ГОСТ 4108—72	4.16.1
ГОСТ 4165—78	4.10.1
ГОСТ 4166—76	4.16.1
ГОСТ 4204—77	4.8.1, 4.9.1, 4.10.1
ГОСТ 4212—76	4.10.1, 4.16.1
ГОСТ 4217—77	4.8.1
ГОСТ 4233—77	4.4.1, 4.8.1, 4.16.1
ГОСТ 4234—77	4.4.1, 4.8.1
ГОСТ 4461—77	4.4.1, 4.8.1
ГОСТ 4478—78	4.8.1
ГОСТ 5823—78	4.8.1
ГОСТ 6259—75	4.16.1
ГОСТ 6613—86	1.2, 4.12.1, 4.13.1
ГОСТ 6709—72	4.4.1, 4.5.1, 4.6.1, 4.7.1, 4.8.1, 4.9.1, 4.10.1, 4.15.1, 4.16.1
ГОСТ 7328—82	4.4.1, 4.5.1, 4.6.1, 4.7.1, 4.8.1, 4.9.1, 4.10.1, 4.11.1а, 4.12.1, 4.13.1, 4.15.1, 4.16.1
ГОСТ 9147—80	4.4.1, 4.6.1, 4.7.1, 4.8.1, 4.15.1
ГОСТ 10398—76	4.4.1, 4.8.1
ГОСТ 10597—87	4.13.1

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 10652—73	4.4.1, 4.8.1
ГОСТ 14091—78	4.4.1
ГОСТ 14192—77	5.2
ГОСТ 14919—83	4.4.1, 4.5.1, 4.6.1, 4.7.1, 4.8.1, 4.9.1
ГОСТ 18300—87	4.4.1, 4.5.1
ГОСТ 20015—88	4.10.1
ГОСТ 20292—74	4.4.1, 4.5.1, 4.8.1, 4.9.1, 4.10.1, 4.15.1, 4.16.1
ГОСТ 20298—74	4.10.1
ГОСТ 20478—75	4.9.1
ГОСТ 20490—75	4.9.1
ГОСТ 21650—76	5.1
ГОСТ 22867—77	4.8.1
ГОСТ 24104—88	4.4.1, 4.5.1, 4.6.1, 4.7.1, 4.8.1, 4.9.1, 4.10.1, 4.11.1а, 4.12.1, 4.13.1, 4.15.1, 4.16.1
ГОСТ 24597—81	5.1
ГОСТ 25336—82	4.4.1, 4.5.1, 4.6.1, 4.7.1, 4.8.1, 4.9.1, 4.10.1, 4.11.1а, 4.12.1, 4.15.1, 4.16.1
ТУ 6—09—3901—75	4.10.1
ТУ 6—09—5169—84	4.4.1
ТУ 6—09—5360—85	4.5.1

5. Срок действия продлен до 01.07.96 Постановлением Госстандарта СССР от 30.03.90 № 765

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (май 1990 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в марте 1985 г., августе 1988 г., марте 1990 г. (ИУС 6—85, 12—88, 7—90)

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *Л. В. Снищарчук*
Корректор *Г. И. Чуйко*

Сдано в наб. 21.05.90 Подп. в печ. 03.08.90 2,0 усл. п. л. 2,0 усл. кр.-отт. 1,98 уч.-изд. л.
Тираж 8000 Цена 40 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Даряус и Гирено, 39. Зак. 848.

gost.e-ecolog.ru