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/дм^3, приготовленный следующим образом: 8,32 г соли помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 0,6—0,7 см^3 азотной кислоты, 50 см^3 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/дм^3. 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 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Отмеривают микробюреткой 10 см^3 раствора хлористого натрия в коническую колбу вместимостью 250 см^3, затем добавляют 50 см^3 воды, 1 см^3 разбавленной 1 : 4 азотной кислоты, 4—5 капель индикатора дифенилкарбазона или смешанного индикатора и титруют раствором азотнокислой ртути (II) концентрации $C=0{,}025$ моль/дм^3 до появления розовато-фиолетового окрашивания.

Поправочный коэффициент (n) к титру раствора азотнокислой ртути (II) концентрации $C=0{,}025$ моль/дм^3 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, см^3;

100 — объем раствора, см^3;

V — объем раствора азотнокислой ртути (II) концентрации $C=0{,}025$ моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

0,002923 — теоретическая масса хлористого натрия, соответствующая 1 см^3 раствора азотнокислой ртути (II) концентрации $C=0{,}025$ моль/дм^3, г.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Перед количественным определением содержания хлорид-ионов 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 см^3, 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

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

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