УДК 622.355.3 : 546.41 264 : 006.354 Группа А49

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 23260.1—78

МРАМОР
Метод определения содержания углекислого кальция

Marble.
Method for the determination of calcium carbonate

Взамен
ГОСТ 4416—73
в части п. 4.7;
ГОСТ 16426—70
в части п. 5.4

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23 августа 1978 г. № 2312 срок действия установлен

с 01.01. 1980 г.
до 01.01. 1985 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на естественный мрамор в виде блоков, кусков, крошки, порошка и устанавливает метод определения содержания кальция в пересчете на углекислый кальций.

Метод основан на титровании кальция раствором трилона Б с индикатором флуорексоном при pH 12—13.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу определения содержания углекислого кальция — по ГОСТ 23260.0—78.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 1.

Калия гидроокись, 25%-ный раствор.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Флуорексон.

Тимолфталеин.

Индикаторная смесь, приготовленная следующим образом: 0,1 г флуорексона, 0,25 г тимолфталеина растирают с 100 г хлористого калия.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.

Известняк, стандартный образец № 59.

Стандартный раствор кальция, приготовленный следующим образом: 2,5020 г углекислого кальция, высушенного до постоянной массы при 105—110°С, растворяют в 20 мл соляной кислоты,

gost.e-ecolog.ru

разбавленной 1 : 1. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают водой до метки и перемешивают. 1 мл стандартного раствора содержит 0,002502 г углекислого кальция.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N,N′ N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,05 н. раствор, приготовленный следующим образом: 9,3 г трилона Б растворяют в воде, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом или стеклянном парафинированном изнутри сосуде.

Для установления титра раствора трилона Б отбирают 10 мл стандартного раствора кальция в коническую колбу вместимостью 250 мл, приливают 100 мл воды, 5 мл раствора гидроокиси калия, 0,1—0,15 г индикаторной смеси и титруют сначала быстро раствором трилона Б, приливая его не более 10 мл, а затем приливают еще 10 мл раствора гидроокиси калия и продолжают титровать до изменения окраски раствора из флуоресцирующей зеленой в фиолетовую.

Допускается устанавливать титр раствора трилона Б по ГОСТ 10398—71 и применять в качестве стандартного раствора кальция раствор, приготовленный из стандартного образца № 59.

Титр раствора трилона Б(T) в граммах углекислого кальция на миллилитр раствора вычисляют по формуле

$$T = \frac{V \cdot 0{,}002502}{V_1},$$

где V — объем стандартного раствора кальция, взятый для титрования, мл;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл;

0,002502 — количество углекислого кальция, соответствующее 1 мл стандартного раствора кальция, г.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы мрамора массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 150—200 мл, смачивают водой, прикрывают часовым стеклом и постепенно приливают 10 мл соляной кислоты. Затем содержимое стакана нагревают до полного прекращения выделения двуокиси углерода, снимают часовое стекло и обмывают его водой над стаканом. Раствор (основной раствор) переливают в мерную колбу вместимостью 250 мл и доливают водой до метки.

От основного раствора отбирают аликвотную часть объемом 25 мл в коническую колбу вместимостью 250 мл, приливают 100 мл воды, нейтрализуют раствором гидроокиси калия по бумаге конго. Затем приливают 10 мл раствора гидроокиси калия

pH 12—13, добавляют 0,1—0,15 г индикаторной смеси и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из флуоресцирующей зеленой в фиолетовую.

3.2. В качестве контрольного метода допускается проводить определение содержания углекислого кальция из раствора после отделения двуокиси кремния, окисей алюминия и железа.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю углекислого кальция (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{VTV_1 \cdot 100}{V_2 \cdot m},$$

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл;

T — титр раствора трилона Б, вычисленный в граммах углекислого кальция, г/мл;

V_1 — объем исходного раствора, мл;

V_2 — объем аликвотной части раствора, мл;

m — масса навески мрамора, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений при массовой доле углекислого кальция до 99% при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать 0,3%.

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает указанное значение, определение повторяют.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех последних параллельных определений.

gost.e-ecolog.ru