

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 надсерноокислым 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 надсерноокислый (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 вместимости

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. Ууэмый, 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.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Даряус и Гирено, 39. Зак. 955.