

**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 надсернической кислотой 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 надсернический (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 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,00005 г марганца;

раствор Б, приготовленный следующим образом: 50 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,000025 г марганца.

### 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

#### 3.1. Построение градуировочного графика

3.1.1. В мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> отмеривают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 и 8,0 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, помещают в стаканы вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают по 2 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, смачивают 15 см<sup>3</sup> воды, стакан закрывают часовым стеклом и прибавляют при нагревании 15—20 см<sup>3</sup> разбавленной 1 : 1 азотной кислоты. Полученный раствор кипятят в течение 3—5 мин до полного растворения мела и фильтруют в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. 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 см<sup>3</sup> в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 2 см<sup>3</sup> 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, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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 полоторных 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 Гиремо, 39. Зак. 955.