

**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 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770—74;  
микробюретку вместимостью 10 см<sup>3</sup> по ГОСТ 20292—74;  
пипетку вместимостью 100 см<sup>3</sup> 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‰;

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<sup>3</sup>, приготовленный следующим образом: 8,32 г соли помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, приливают 0,6—0,7 см<sup>3</sup> азотной кислоты, 50 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>. Для этого 0,2930 г хлористого натрия, высушенного в сушильном шкафу при 120—125°C до постоянной массы, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Отмеривают микробюреткой 10 см<sup>3</sup> раствора хлористого натрия в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, затем добавляют 50 см<sup>3</sup> воды, 1 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> до появления розовато-фиолетового окрашивания.

Поправочный коэффициент ( $n$ ) к титру раствора азотнокислой ртути (II) концентрации  $C=0,025$  моль/дм<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;

100 — объем раствора, см<sup>3</sup>;

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

0,002923 — теоретическая масса хлористого натрия, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора азотнокислой ртути (II) концентрации  $C=0,025$  моль/дм<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. К раствору приливают 1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> дистиллированной воды в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. К раствору приливают 1 см<sup>3</sup> 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

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

где  $V$  — объем раствора азотнокислой ртути (II) концентрации  $C = 0,025$  моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора азотнокислой ртути (II) концентрации  $C = 0,025$  моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование контрольного опыта, см<sup>3</sup>,

0,001773 — масса хлора, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора азотнокислой ртути (II) концентрации  $C = 0,025$  моль/дм<sup>3</sup>, г;

$n$  — поправочный коэффициент к титру раствора азотнокислой ртути (II) концентрации  $C = 0,025$  моль/дм<sup>3</sup>, определяемый по п. 2.1;

$V_2$  — объем всей водной вытяжки, см<sup>3</sup>;

$V_3$  — объем аликвотной части водной вытяжки, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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  $0,04\%$ .

---