

## МЕЛ

Метод определения массовой доли оксида  
железа (III)

ГОСТ

21138.8—78

Chalk. Method for determination of iron oxide  
mass fraction

ОКСТУ 0709

Срок действия с 01.07.79  
до 01.01.94

Настоящий стандарт распространяется на природный мел и устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания окиси железа.

Метод основан на образовании в аммиачной среде окрашенного комплексного соединения трисульфосалицилата железа и фотометрировании окрашенного раствора.

## 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 типов ФЭК-56, ФЭК-60 (или аналогичных типов) или спектрофотометр любого типа;  
баню водяную;  
аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 25%-ный раствор;  
кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1 : 1;  
кислоту серную по ГОСТ 4204—77, 16%-ный раствор и молярности 0,005 М;  
кислоту сульфосалициловую по ГОСТ 4478—78, 30%-ный раствор;  
аммоний виннокислый по ТУ 6—09—08—2007—89, 25%-ный раствор;

квасцы железомонийные по ТУ 6—09—5359—87;  
стандартные растворы оксида железа (III):

раствор А, приготовленный следующим образом: 6,0397 г железомонийных квасцов помещают в стакан вместимостью 350—500 см<sup>3</sup> и растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды, подкисленной 25 см<sup>3</sup> 16%-ного раствора серной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,001 г оксида железа (III). Титр раствора проверяют весовым методом. Для этого из бюретки отмеривают в три стакана вместимостью 300—400 см<sup>3</sup> по 5, 15, 25 см<sup>3</sup> стандартного раствора А, доливают водой до объема 100—150 см<sup>3</sup>, нагревают до кипения и осаждают гидроксид железа (III) аммиаком обычным способом. Полученные весовым методом массы оксида железа (III) в граммах делят на количество см<sup>3</sup> стандартного раствора, взятого в каждом отдельном случае, и вычисляют среднюю массу оксида железа (III) в граммах в 1 см<sup>3</sup> стандартного раствора;

раствор Б готовят следующим образом: пипеткой отбирают 2 см<sup>3</sup> раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора до метки раствором серной кислоты молярности 0,005 М и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00002 г оксида железа (III).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

#### 3.1. Построение градуировочного графика

3.1.1. В мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> отбирают микробюреткой 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 и 25,0 см<sup>3</sup> раствора Б, что соответствует 0,00002; 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004 и 0,0005 г оксида железа. В каждую колбу приливают по 2 см<sup>3</sup> раствора виннокислого аммония, по 15—20 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты, раствор аммиака до перехода окраски раствора в желтую и в избыток 5 см<sup>3</sup>. Растворы в колбах доливают водой до метки и перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.1.2. Оптическую плотность растворов измеряют на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр со светопропусканием 450—480 нм (синий 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 окиси железа строят градуировочный график.

#### 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. От раствора, полученного по ГОСТ 21138.5—78, отбирают пипеткой аликвотную часть раствора объемом  $25 \text{ см}^3$  в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , приливают  $25 \text{ см}^3$  раствора виннокислого аммония,  $15\text{--}20 \text{ см}^3$  раствора сульфосалициловой кислоты, раствор аммиака до появления устойчивой желтой окраски и еще  $5 \text{ см}^3$  в избыток. Раствор доливают водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность измеряют, как указано в п. 3.1.2.

По величине оптической плотности анализируемого раствора устанавливают содержание оксида железа по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

#### 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю оксида железа ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m},$$

где  $m_1$  — масса оксида железа, найденная по градуировочному графику, г;

$V$  — объем исходного раствора,  $\text{см}^3$ ;

$V_1$  — объем аликвотной части раствора,  $\text{см}^3$ ;

$m$  — масса навески пробы, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2. При вычислении результатов анализа окончательный результат округляют до  $0,01\%$ .

5.3. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должно превышать  $0,02\%$ .

(Измененная редакция, Изм. № 1).

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

- 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством промышленности строительных материалов СССР

## ИСПОЛНИТЕЛИ

Н. А. Могиленко (руководитель темы), Х. Х. Уузмый, 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 13146—67, кроме разд. 3, п. 3.1

- 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	2.1
ГОСТ 3760—79	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1
ГОСТ 4205—77	2.1
ГОСТ 4478—78	2.1
ГОСТ 21138.0—85	1.1
ГОСТ 21138.5—78	4.1
ТУ 6-09-08-2007-89	2.1

- 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]