

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

МАГНИЙ ХЛОРИСТЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ (БИШОФИТ)

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 7759—73

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.846.321 : 006.354 Группа Л14

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАГНИЙ ХЛОРИСТЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ (БИШОФИТ)

Технические условия

Technical magnesium chloride (bishofit). Specifications

ГОСТ 7759—73*

Взамен ГОСТ 7759—55

ОКП 21 5216 0100 10

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 19 июля 1973 г. № 1777 срок введения установлен

с 01.01.75

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 26.09.84 № 3316 срок действия продлен

до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на чешуированный технический хлористый магний (бишофит), получаемый комплексной переработкой Карабогазской рапы.

Технический хлористый магний (бишофит) предназначается для химической, легкой, энергетической и других отраслей промышленности, а также для строительства.

Стандарт не распространяется на технический хлористый магний, предназначенный для производства металлического магния.

Установленные настоящим стандартом показатели технического уровня предусмотрены для высшей категории качества.

Технический хлористый магний (бишофит) обладает большой гигроскопичностью.

Формула: $MgCl_2 \cdot 6H_2O$

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1969 г.) — 203,303

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Технический хлористый магний (бишофит) должен изготовляться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

** Переиздание (март 1986 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в ноябре 1979 г., сентябре 1984 г. (ИУС 12—79, 12—84)*

© Издательство стандартов, 1986

1.2. По физико-химическим показателям технический хлористый магний должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма
1. Внешний вид	Чешуйки от белого до светло-серого цвета с оттенками от желтоватого до светло-коричневого
2. Массовая доля ионов магния (Mg^{+2}), %, не менее	11,8
в пересчете на $MgCl_2 \cdot 6H_2O$, %, не менее	97
3. Массовая доля хлористого кальция в пересчете на CaO, %, не более	0,2
4. Массовая доля сульфат-ионов (SO_4^{-2}), %, не более	1,1
5. Массовая доля ионов щелочных металлов ($Na^+ + K^+$), %, не более	0,8
6. Массовая доля нерастворимого в воде остатка, % не более	0,2

(Измененная редакция, Изм. № 1)

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Технический хлористый магний поставляют партиями. За партию принимают любое количество однородного по своим качественным показателям продукта, одновременно отправляемого в один адрес и сопровождаемого одним документом о качестве.

Документ о качестве должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование продукта;

номер партии;

наименование тары;

количество мест;

массу нетто;

результаты проведенных анализов или подтверждение соответствия качества продукта требованиям настоящего стандарта;

дату изготовления;

подпись и штамп технического контроля;

обозначение настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 2)

2.2. Для проверки качества технического хлористого магния пробы отбирают от 2% мешков, но не менее чем от пяти мешков при партии 250 мешков и менее или от 10% контейнеров, но не менее, чем от одного контейнера при партии 10 контейнеров и менее.

2.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей должны проводиться повторные анализы от удвоенного количества единиц продукции, отобранных от той же партии. Результаты повторных анализов являются окончательными и распространяются на всю партию.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Точечную пробу отбирают щупом, погружая его на $^3/_4$ глубины, из середины каждого мешка при частичном вскрытии шва или из горловины контейнера.

Масса точечной пробы, отобранной из мешка, должна быть не менее 0,1 кг, от контейнера — не менее 0,5 кг.

3.2. Все отобранные точечные пробы помещают в предварительно взвешенную, герметически закрываемую склянку с притертой пробкой и определяют внешний вид.

Затем склянку с продуктом взвешивают на технических весах типа ВЛТ—10 кг — 1 (T_1—10) или типа ВЛТ—20 кг — 1 (T_1—20) и определяют фактическую массу объединенной пробы. Полученную объединенную пробу растворяют в дистиллированной воде в соотношении (по массе) 1 : 1. Для полного растворения пробы склянку встряхивают не менее 10 мин (наличие мути свидетельствует о присутствии тонкодисперсного нерастворимого остатка) и получают раствор объединенной пробы. Из полученного раствора объединенной пробы отбирают среднюю пробу в объеме не менее 1 дм^3 и помещают в склянку с притертой пробкой.

(Измененная редакция, Изм. № 2)

3.3. На склянку с раствором средней пробы наклеивают этикетку, на которой указывают: наименование предприятия-изготовителя, наименование продукта, номер партии и дату отбора пробы.

3.4. Внешний вид продукта определяют визуально

3.5. Определение массовой доли ионов магния

3.5.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

магний первичный в чушках по ГОСТ 804—72, марка МГ;

хромоген черный ЕТ-00 (индикатор), 0,5%-ный спиртовой раствор, содержащий 4—5 г гидроксиламина гидрохлорида в 100 см^3 раствора;

гидроксиламин гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, х. ч.;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, х. ч.;

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, х. ч., 25%-ный водный раствор;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

аммиачный буферный раствор, готовят следующим образом: растворяют 67 г хлористого аммония в воде, прибавляют 570 см^3

25%-ного водного раствора аммиака и объем раствора доводят водой до 1 дм³;

этилендиамин-N, N, N′, N′—тетрауксусной кислоты динатриевая соль, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор концентрации 0,025 моль/дм³ (0,05 н.), готовят следующим образом: 9,307 г трилона Б растворяют в воде и фильтруют, если раствор мутный. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят объем раствора водой до метки, тщательно перемешивают.

Титр раствора трилона Б по магнию устанавливают по металлическому магнию или фиксаналу сернокислого магния.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2)

3.5.2. *Проведение анализа.*

Около 10 г раствора средней пробы хлористого магния, полученного по п. 3.2, взвешивают в бюксе с погрешностью до 0,001 г, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают. Пипеткой отбирают 10 см³ раствора в коническую колбу вместимостью 250 см³ и доводят объем раствора водой приблизительно до 100 см³. После этого прибавляют 10 см³ аммиачного буферного раствора, 7—8 капель индикатора и титруют 0,05 н. раствором трилона Б при сильном перемешивании. К концу титрования, когда окраска раствора из винно-красной начнет переходить в фиолетовую, раствор трилона Б прибавляют медленно по каплям, каждый раз хорошо перемешивая содержимое колбы. В точке эквивалентности раствор приобретает синюю окраску.

3.5.3. *Обработка результатов*

Массовую долю ионов магния (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{2 \cdot \left(V_1 - \frac{V_2}{50} \right) \cdot T \cdot 500 \cdot 100}{10 \cdot m},$$

где V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование суммы магния и окиси кальция, см³;

V_2 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование окиси кальция по п. 3.6.2, см³;

T — титр раствора трилона Б по магнию, г/см³;

m — навеска раствора хлористого магния, г.

Для пересчета на $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ из общей массовой доли ионов магния (X) вычитают массовую долю ионов магния, связанную с сульфат-ионом ($X_2 \cdot 0{,}2530$), и результат умножают на 8,3646.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3 абс. %.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

3.6. Определение массовой доли хлористого кальция в пересчете на окись кальция

3.6.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., разбавленная 1 : 1;

кальций углекислый по ГОСТ 4530—76, х. ч.;

калия гидроокись ч. д. а., 10%-ный раствор;

калий сернокислый по ГОСТ 4145—74, х. ч.;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты динатриевая соль, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор концентрации 0,005 моль/дм³ (0,01 н.), готовят следующим образом: 100 см³ 0,05 н. раствора трилона Б, приготовленного по п. 3.5.1, отбирают пипеткой и переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Титр 0,01 н. раствора трилона Б по окиси кальция устанавливают по раствору углекислого кальция, приготовленного следующим образом: 2,4950 г углекислого кальция растворяют в соляной кислоте в мерной колбе вместимостью 1 дм³ и доводят объем раствора водой до метки. 1 см³ полученного раствора содержит 1,4 мг окиси кальция;

мурексид (аммонийная соль пурпуровой кислоты), (индикатор), готовят следующим образом: 2 г мурексида тщательно растирают в ступке с 40 г сернокислого калия до тех пор, пока не исчезнут видимые отдельные крупинки мурексида и соль не приобретет ровную розовую окраску. Индикатор должен храниться в темной склянке.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.6.2. *Проведение анализа*

Пипеткой отбирают 100 см³ раствора хлористого магния, приготовленного по п. 3.5.2, в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 10 см³ раствора гидроокиси калия, 0,2 -0,3 г индикатора и титруют раствором трилона Б до перехода малиновой окраски раствора в фиолетовую.

Так как изменение окраски происходит постепенно, титровать лучше на белом фоне.

3.6.3. *Обработка результатов*

Массовую долю хлористого кальция в пересчете на окись кальция (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{2 \cdot V_2 \cdot T \cdot 500 \cdot 100}{100 \cdot m},$$

где V_2 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

T — титр раствора трилона Б по окиси кальция, г/см³;

m — навеска раствора хлористого магния, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,08 абс. %.

3.7. Определение массовой доли сульфат-ионов

3.7.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч.;

барий хлористый по ГОСТ 4108—72, х. ч., 10%-ный раствор;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, ч, 1%-ный раствор;

метиловый оранжевый (индикатор), 0,1%-ный раствор;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

3.7.2. *Проведение анализа*

200 см³ раствора хлористого магния, приготовленного по п. 3.5.2 (отбирают дважды пипеткой вместимостью 100 см³), помещают в стакан вместимостью 300—400 см³, добавляют 2 см³ соляной кислоты, 2 капли раствора индикатора и нагревают до кипения. Одновременно в другой стакан помещают 7—8 см³ раствора хлористого бария, разбавляют водой до 50 см³ и доводят до кипения. Горячий раствор хлористого бария приливают по каплям в анализируемый раствор, перемешивают и оставляют на 2 ч на горячей водяной бане. После охлаждения осадок отфильтровывают через плотный беззольный фильтр «синяя лента» с добавлением бумажной кашицы и промывают горячей водой до исчезновения реакции на ион хлора (проба с раствором азотнокислого серебра). Фильтр с осадком сушат, затем сжигают в предварительно взвешенном тигле и прокаливают осадок до постоянной массы при 800°С. Одновременно проводят контрольный опыт с тем же количеством реактивов, но без анализируемого вещества.

3.7.3. *Обработка результатов*

Массовую долю сульфат-ионов (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{2 \cdot (m_1 - m_2) \cdot 0{,}4115 \cdot 500 \cdot 100}{200 \cdot m},$$

где m — навеска раствора хлористого магния, г;

m_1 — масса осадка $BaSO_4$, г;

m_2 — масса осадка в контрольном опыте, г;

0,4115 — коэффициент пересчета $BaSO_4$ на SO_4^{-2}.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,14 абс. %.

3.8. Определение массовой доли ионов щелочных металлов

Определение проводят на пламенном фотометре типа ПФМ или другого типа с той же точностью. Используют пламя смеси пропан-бутан с воздухом.

3.8.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

калий хлористый по ГОСТ 4234—77, х. ч.;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, х. ч.;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

магний хлористый по ГОСТ 4209—77, х. ч., 5%-ный раствор;

магний сернокислый по ГОСТ 4523—77, х. ч., 1%-ный раствор;

раствор с массовой долей по 0,1% натрия и калия, готовят следующим образом: 1,2711 г хлористого натрия и 0,9534 г хлористого калия, предварительно высушенных при 105°С, взвешивают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют в воде, объем раствора доводят до метки и тщательно перемешивают — раствор А.

3.8.2. *Построение градуировочных графиков*

Растворы сравнения готовят следующим образом: в десять мерных колб вместимостью 500 см³ помещают отмеренные пипеткой 50 см³ раствора хлористого магния, 10 см³ раствора сернокислого магния и раствора А, в количествах, указанных в табл. 2, и доводят водой до метки.

Таблица 2

Индекс раствора сравнения	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	1,2	1,4	1,6	1,8	2,0
Концентрация ионов Na^+ или K^+ в растворе сравнения, %	0,002	0,004	0,006	0,008	0,01	0,012	0,014	0,016	0,018	0,02
Количество раствора А, см³	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100

Индекс раствора сравнения численно равен концентрации ионов натрия или калия в процентах в анализируемой пробе. Каждый раствор сравнения трижды измеряют на пламенном фотометре и строят отдельно для натрия и калия градуировочные графики, откладывая по оси абсцисс концентрации ионов натрия или калия в растворе сравнения в процентах, а по оси ординат соответствующие им показания прибора.

Градуировочные графики используют для проверки правильности приготовления растворов сравнения. Если при трехкратном

измерении какого-либо раствора сравнения его точка выпадает из графика, считают, что данный раствор сравнения приготовлен неправильно и его готовят вновь.

3.8.3. *Проведение анализа*

Для определения массовой доли натрия или калия используют раствор хлористого магния, приготовленный по п. 3.5.2, и ведут определение раздельно через натриевый и калиевый светофильтры прибора. Условия для определения (диафрагмы, давление воздуха и газа) подбирают, исходя из инструкций к прибору.

Перед началом измерений проводят градуировку прибора по графику. Для этого в распылитель вводят раствор сравнения с максимальной массовой долей определяемого компонента и устанавливают стрелку измерительного прибора на деление, соответствующее данному раствору сравнения на графике.

Затем в распылитель поочередно вводят анализируемый раствор и два раствора сравнения, для одного из которых отсчет по шкале больше, а для другого — меньше, чем для анализируемого. Для исключения влияния изменения давления газа и воздуха измерение повторяют в обратном порядке. Показания прибора при измерении одного и того же раствора не должны различаться больше чем на одно деление шкалы. Для расчетов берут среднее значение.

3.8.4. *Обработка результатов*

Массовую долю ионов щелочных металлов (Na^+ или K^+) (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = C_1 + \frac{(I_x - I_1)\cdot(C_2 - C_1)}{I_2 - I_1},$$

где C_1 — массовая доля натрия или калия в анализируемой пробе, численно равная индексу раствора сравнения с меньшей концентрацией натрия или калия, %;

C_2 — массовая доля натрия или калия в анализируемой пробе, численно равная индексу раствора сравнения с большей концентрацией натрия или калия, %;

I_1, I_2 — показания прибора при измерении растворов сравнения с меньшей или большей концентрациями натрия или калия соответственно;

I_x — показания прибора при измерении анализируемого раствора пробы на массовую долю натрия или калия соответственно.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,08 абс. %.

3.9. Определение массовой доли нерастворимого в воде остатка

3.9.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, ч., 1%-ный раствор.

3.9.2. *Проведение анализа*

Около 40 г раствора средней пробы хлористого магния, полученного по п. 3.2, взвешивают в бюксе с погрешностью до 0,02 г, переносят в стакан и растворяют в 80 см³ горячей воды. Раствор фильтруют через предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный в небольшой бюксе фильтр «белая лента» диаметром 7 см. Нерастворимый в воде остаток количественно переносят на фильтр и промывают горячей водой до исчезновения в промывных водах реакции на ион хлора (проба с раствором азотнокислого серебра). Промытый фильтр с нерастворимым остатком помещают в бюксу и сушат в сушильном шкафу при 100—105°С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

3.9.3. *Обработка результатов*

Массовую долю нерастворимого в воде остатка (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{2\ (m_1 - m_2) \cdot 100}{m},$$

где m — навеска раствора хлористого магния, г;

m_1 — масса фильтра с осадком, г;

m_2 — масса фильтра, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,08 абс. %.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Технический хлористый магний (бишофит) упаковывают в специализированные мягкие контейнеры разового или многоразового использования МКР-1, 0С; МК-1,0Л; МК-1,5Л или в полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811—78, вложенные в льно-джуто-кенафные мешки по ГОСТ 8516—78 4—5 категории.

Полиэтиленовые мешки заваривают, а льно-джуто-кенафные мешки прошивают машинным способом. Масса нетто 30±1 кг.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2)

4.2. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77 с нанесением манипуляционного знака «Боится сырости», а также знака опасности по ГОСТ 19433—81, класс 9, подкласс 9.2, категория 922.

Кроме того, на транспортную тару наносят следующие данные:

наименование продукта;

номер партии;

дату изготовления;

массу брутто и нетто;
обозначение настоящего стандарта.
(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. **(Исключен, Изм. № 2).**

4.4. Хлористый магний транспортируют транспортом всех видов в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида.

Продукт, упакованный в специализированные мягкие контейнеры, по железной дороге транспортируют в полувагонах.

С 1 января 1986 г. упакованный в мешки продукт должен транспортироваться пакетами в соответствии с ГОСТ 21929—76.

При пакетировании должны использоваться плоские поддоны. Габаритные размеры пакета 1240×840×1350 мм, масса брутто не более 1,25 т в соответствии с ГОСТ 24597—81. Средства скрепления мешков в пакеты — по ГОСТ 21650—76.

4.5. Технический хлористый магний, упакованный в мешки, должен храниться в закрытых складских помещениях, упакованный в контейнеры - - на контейнерных площадках.

4.4; 4.5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие технического хлористого магния (бишофит) требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения — 6 мес. со дня изготовления.

5.1; 5.2 **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ПРОИЗВОДСТВЕННОЙ САНИТАРИИ

6.1. Технический хлористый магний не токсичен, пожаро- и взрывобезопасен.

6.2. При работе с техническим хлористым магнием обслуживающий персонал должен быть в спецодежде в соответствии с типовыми нормами, утвержденными в установленном порядке.

Редактор *Л. Д. Курочкина*
Технический редактор *М. И. Максимова*
Корректор *Б. А. Мурадов*

Сдано в наб. 19.09.85 Подп. в печ. 04.08.86 0,75 усл. п. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,69 уч.-изд. л. Тир. 6000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак 1200

ИЗМЕНЕНИЕ № 3 ГОСТ 7759—73 Магний хлористый технический (бишофит). Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.03.88 № 498

Дата введения 01.08.88

Вводная часть. Исключить четвертый абзац.

Пункт 1.2. Таблицу изложить в новой редакции:

Наименование показателя	Норма
1. Внешний вид	Чешуйки от белого до светло-серого цвета с оттенками от желтоватого до светло-коричневого
2. Массовая доля ионов магния (Mg^{2+}), %, не менее	11,8
в том числе на $MgCl_2 \cdot 6H_2O$, %, не менее	97
3. Массовая доля сульфат-ионов $(SO_4)^{2-}$, %, не более	1,1
4. Массовая доля ионов щелочных металлов ($Na^+ + K^+$), %, не более	0,8
5. Массовая доля нерастворимого в воде остатка, %, не более	0,2

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.3а (после п. 3.3):

«3.3а. Для проведения анализа и приготовления растворов применяют реактивы квалификации х. ч. или ч. д. а. Допускается применять посуду, в том числе импортную, реактивы и средства измерения с техническими характеристиками не ниже отечественных».

Пункт 3.5.1 изложить в новой редакции:

«3.5.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

весы лабораторные по ГОСТ 24104—80 2-го и 3-го классов точности;

гири Г-2—210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328—82;

колбы мерные 1—500—2 и 1—1000—2 по ГОСТ 1770—74;

пипетка 2—2—10 по ГОСТ 20292—74;

колба Кн 1(2)—250 ТС по ГОСТ 25336—82;

цилиндры мерные 1—10,1—100,1—1000 по ГОСТ 1770—74;

стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336—82;

бюретка 3—2—50—01 по ГОСТ 20292—74;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72;

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор с массовой долей 25 %;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

эриохром черный Т (хромоген черный ЕТ-00), индикаторная смесь; готовят следующим образом: 0,25 г индикатора растирают в ступке с 25 г хлористого натрия или хлористого калия;

аммиачный буферный раствор; готовят следующим образом: 67 г хлористого аммония растворяют в воде, прибавляют 570 $см^3$ 25 %-ного водного раствора аммиака, объем раствора доводят водой до 1000 $см^3$ и перемешивают;

этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты динатриевая соль, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор *c* ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) = =0,025 моль/дм³; готовят следующим образом: 9,31 г трилона Б растворяют в воде и фильтруют, если раствор мутный. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят объем раствора водой до метки, тщательно перемешивают.

Титр (коэффициент молярности) трилона Б (*t*) устанавливают по раствору соли цинка — по ГОСТ 10398—76, отбирая 10 см³ раствора *c* $(Zn)^{2+}$ = =0,05 моль/см³.

Титр раствора трилона Б вычисляют по формуле

$$t = \frac{10 \cdot 2}{V},$$

где *V* — объем раствора трилона Б молярной концентрации 0,025 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³».

Пункты 3.5.2 и 3.5.3 изложить в новой редакции:

«3.5.2. *Проведение анализа*

В стаканчике для взвешивания взвешивают от 10,0 до 10,2 г раствора средней пробы хлористого магния (результат в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают. Пипеткой отбирают 10 см³ раствора в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 100 см³ воды, 10 см³ буферного раствора, на кончике шпателя индикаторную смесь от 0,10 до 0,15 г и титруют медленно, по каплям, при постоянном перемешивании, раствором трилона Б до перехода окраски раствора в синий цвет.

3.5.3. *Обработка результатов*

Массовую долю ионов магния (*X*) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{2 \cdot V \cdot t \cdot 0{,}0006078 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 10},$$

где *V* — объем раствора трилона Б молярной концентрации 0,025 моль/дм³, израсходованный на титрование ионов магния, см³;

t — титр раствора трилона Б молярной концентрации 0,025 моль/дм³;

0,0006078 — масса магния в граммах, соответствующая 1 см³ раствора трилона Б молярной концентрации точно 0,025 моль/дм³, г/см³;

m — масса навески раствора хлористого магния, г.

Массовую долю ионов магния в пересчете на $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = (X - X_2 \cdot 0{,}2531) \cdot 8{,}3625,$$

где *X* — массовая доля ионов магния, %;

X_2 — массовая доля сульфат-иона, определенная в соответствии с п. 3.7.3, %;

0,2531 — коэффициент пересчета массы сульфат-иона на магний-ион;

8,3625 — коэффициент пересчета массы ионов магния на $MgCl_2 \cdot 6H_2O$.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, равного 0,3 %, при доверительной вероятности *P*=0,95».

Пункт 3.6 исключить.

Пункт 3.7.1 изложить в новой редакции:

«3.7.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

весы лабораторные по ГОСТ 24104—80 2-го и 3-го классов точности;

гири Г-2—210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328—82;

стакан Н-1—400 ТС по ГОСТ 25336—82;

пипетка 2—2—100 по ГОСТ 20292—74;

цилиндр мерный 1—10 по ГОСТ 1770—74;

тигли низкие 4 и 5 по ГОСТ 9147—80;

эксикатор по ГОСТ 25336—82;

фильтр обеззоленный «синяя лента»;
электропечь муфельная, обеспечивающая температуру нагрева 950—1000 °С;
силикагель технический по ГОСТ 3956—76, высушенный при 150—180 °С;
кислота соляная по ГОСТ 3118—77;
вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;
барий хлористый по ГОСТ 4108—72, раствор с массовой долей 10 %;
серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой долей 1 %».

Пункты 3.7.2 и 3.7.3 изложить в новой редакции:

3.7.2. *Проведение анализа*

200 см³ раствора хлористого магния, приготовленного в соответствии с п. 3.5.2 (отбирают дважды пипеткой вместимостью 100 см³), помещают в стакан вместимостью 400 см³, добавляют 2 см³ соляной кислоты, нагревают до кипения, затем при перемешивании медленно, по каплям, прибавляют 10 см³ нагретого до кипения раствора хлористого бария. Осадок отстаивают на кипящей водяной бане в течение не менее 2 ч, фильтруют через плотный обеззоленный фильтр, промывают нагретой до кипения водой до исчезновения реакции на хлор-ион (проба с раствором азотнокислого серебра). Фильтр с осадком высушивают, осторожно без воспламенения озоляют в предварительно прокаленном и взвешенном тигле, прокаливают при 800—900 °С до постоянной массы и после охлаждения в эксикаторе взвешивают (результат в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

3.7.3. *Обработка результатов*

Массовую долю сульфат-ионов (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{2 \cdot m_1 \cdot 0{,}4115 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 200},$$

где m_1 — масса осадка сернокислого бария, г;

0,4115 — коэффициент пересчета массы $BaSO_4$ на SO_4^{2-};

m — масса навески раствора хлористого магния, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, равного 0,14 %, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$».

Пункт 3.8.1. Наименование изложить в новой редакции:

«3.8.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*»;

дополнить абзацами (перед первым):

«Колба мерная 1—100—2, 1—250—2, 1—500—2 по ГОСТ 1770—74;

бюретка 3—2—10—01 по ГОСТ 20292—74».

Пункт 3.8.4 дополнить абзацами:

«Допускается определять массовую долю ионов щелочных металлов с использованием спектрофотометра для пламени. Методика определения приведена в обязательном приложении.

При разногласиях в оценке массовой доли ионов щелочных металлов определение проводят по методике, изложенной в п. 3.8».

Пункт 3.9.1. Наименование изложить в новой редакции:

«3.9.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*»;

дополнить абзацами (перед первым):

«весы лабораторные по ГОСТ 24104—80 2-го и 3-го классов точности;

гири Г-2—210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328—82;

стакан Н-1—250 ТС по ГОСТ 25336—82;

цилиндр 1—100 по ГОСТ 1770—74;

эксикатор по ГОСТ 25336—82;

шкаф сушильный, позволяющий регулировать температуру в диапазоне 80—200 °С;

фильтр обеззоленный «белая лента» диаметром 7 см;

силикагель технический по ГОСТ 3956—76, высушенный при 150—180 °С;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой долей 1 %».

Пункт 3.9.2 изложить в новой редакции:

«3.9.2. *Проведение анализа*

От 40 до 45 г взмученного раствора средней пробы хлористого магния взвешивают (результат в граммах записывают с точностью до первого десятичного знака), переносят в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 80 см³ нагретой до кипения воды.

Раствор фильтруют через фильтр, предварительно высушенный при 105—110 °С до постоянной массы. Остаток на фильтре промывают водой, нагретой до кипения, до исчезновения реакции на хлор-ион (проба с раствором азотнокислого серебра), высушивают в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы и после охлаждения в эксикаторе взвешивают (результаты в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака)».

Пункт 3.9.3. Последний абзац изложить в новой редакции:

«За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допустимого расхождения, равного 0,08 %, при доверительной вероятности $P=0,95$».

Раздел 4 изложить в новой редакции:

«4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Технический хлористый магний (бишофит) упаковывают в специализированные мягкие контейнеры разовые, оборотные и многооборотные типов МКР-1,0С; МКО-1,0С; МКР-1,0М; МК-1,0Л; МК-1,5Л или в полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811—78, вложенные в льно-джуто-кенафные мешки по ГОСТ 8516—78 4—5 категории.

Полиэтиленовые мешки заваривают, а льно-джуто-кенафные прошивают машинным способом. Масса нетто (30±1) кг.

4.2. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77 с нанесением на мешки манипуляционного знака «Боится сырости», а также знака опасности по ГОСТ 19433—81 (класс 9, подкласс 9.2, категория 922).

Кроме того, на транспортную тару наносят данные, характеризующие продукцию:

наименование продукта;

номер партии;

дату изготовления;

массу брутто и нетто;

обозначение настоящего стандарта.

4.3. Хлористый магний транспортируют повагонными отправками транспортом всех видов в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида. Продукт, упакованный в специализированные мягкие контейнеры, по железной дороге транспортируют в открытом подвижном составе. Контейнеры типа МКР должны транспортироваться без перевалок в пути следования с погрузкой и выгрузкой на подъездных путях предприятий. Размещение и крепление контейнеров на открытом подвижном составе проводят в соответствии с техническими условиями погрузки и крепления грузов, утвержденными МПС.

Продукт, упакованный в мешки, транспортируют пакетами по ГОСТ 21929—76, средства скрепления — по ГОСТ 21650—76. Габаритные размеры и масса брутто транспортного пакета должны соответствовать ГОСТ 24597—81

4.4. Технический хлористый магний, упакованный в мешки, должен храниться в закрытых складских помещениях, упакованный в контейнеры, — на контейнерных площадках».

Стандарт дополнить приложением.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ИОНОВ ЩЕЛОЧНЫХ МЕТАЛЛОВ

1. Аппаратура, реактивы и растворы

спектрофотометр для пламени, работающий в диапазоне длин волн от 200 до 800 нм;

пропан-бутан (бытовой в баллоне) или газ из городской сети;

компрессор любого типа для воздуха;

колба мерная 1—100—2; 1—250—2; 1—500—2 по ГОСТ 1770—74;

бюретка 3—2—10—0,1 по ГОСТ 20292—74;

магний хлористый по ГОСТ 4209—77, раствор с массовой долей 5 %;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77;

магний сернокислый по ГОСТ 4523—77, раствор с массовой долей 1 %;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Все растворы и воду, применяемую для их приготовления, хранят в полиэтиленовой посуде.

2. Приготовление образцовых растворов

Образцовые растворы, содержащие по 1 мг/см³ натрия и калия каждый, готовят по ГОСТ 4212—76. Раствор А, содержащий по 0,1 мг/см³ натрия и калия, готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 250 см³ помещают по 25 см³ растворов натрия и калия, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают.

Растворы сравнения массовой концентрации натрия и калия 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 6,0; 8,0; 10,0 мг/дм³ готовят следующим образом: в восемь мерных колб вместимостью 100 см³ помещают с помощью бюреток по 1,0 см³ раствора хлористого магния, по 0,2 см³ раствора сернокислого магния, добавляют раствор А в следующих объемах: 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 6,0; 8,0; 10,0 см³, затем доводят объем растворов сравнения до метки водой и тщательно перемешивают. В первой колбе контрольный (фоновый) раствор без определяемых элементов.

3. Проведение анализа

10 см³ раствора хлористого магния, приготовленного в соответствии с п. 3.5.2, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора до метки водой и тщательно перемешивают.

Подготовку к определению массовой доли натрия и калия проводят согласно инструкции к прибору. При проведении анализа необходимо соблюдать правила безопасности, установленные для работы с горючими газами.

Определение проводят при длинах волн для Na—589,0 нм, для K—766,9 нм с использованием пламени пропан-бутан-воздух. Нулевую линию прибора устанавливают по воде. Определение проводят по градуировочному графику (способ 1) и с применением ограничивающих растворов (способ 2).

Определение массовой доли ионов щелочных металлов по способу 1

После подготовки прибора проводят фотометрирование воды, применяемой для приготовления контрольного (фонового) раствора, анализируемого и растворов сравнения в порядке возрастания массовой концентрации щелочных металлов.

После этого проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с растворов максимальной массовой концентрации щелочных металлов, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании контрольного раствора.

Каждый раствор измеряют трижды и вычисляют среднее значение интенсивности излучения для каждого. После каждого измерения распыляют воду. По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая на оси ординат показания регистрирующего устройства прибора, а

на оси абсцисс — массовую концентрацию ионов натрия и калия в миллиграммах на кубический дециметр.

Определение массовой доли ионов щелочных металлов по способу 2

Выбирают два раствора сравнения с минимальной и максимальной массовой долей определяемого компонента по сравнению с анализируемым раствором. Концентрация компонента трех растворов должна быть одного порядка. Затем поочередно при одинаковых условиях фотометрируют анализируемый раствор и растворы сравнения, регистрируя величину сигнала, учитывая поправку на величину сигнала, полученного при фотометрировании контрольного раствора.

4. Обработка результатов

При определении массовой доли ионов щелочных металлов по способу 1 массовые доли натрия и калия находят по градуировочному графику.

Массовую долю ионов щелочных металлов (Na^+ или K^+) (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{2 \cdot c \cdot 500 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 1000 \cdot 1000 \cdot 10^2} = \frac{c}{m},$$

где c — массовая концентрация Na^+ или K^+ в анализируемой пробе, найденная по градуировочному графику, мг/дм³;

m — масса навески, г.

При определении массовой доли ионов щелочных металлов по способу 2 массовую долю натрия и калия вычисляют по формуле

$$X_3 = \left[c_1 + \frac{(c_2 - c_1)(A - A_1)}{A_2 - A_1} \right] \cdot \frac{1}{m},$$

где c_1 — массовая концентрация натрия или калия в растворе сравнения с меньшей концентрацией, мг/дм³;

c_2 — массовая концентрация натрия или калия в растворе сравнения с большей концентрацией, мг/дм³;

A — показания регистрирующего устройства прибора при измерении анализируемого раствора;

A_1 — показания регистрирующего устройства прибора при измерении растворов сравнения с меньшей концентрацией натрия или калия;

A_2 — показания регистрирующего устройства прибора при измерении растворов сравнения с большей концентрацией натрия или калия;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, равного 15 %, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$».

(ИУС 5—88)

gost.e-ecolog.ru

Подп. в печ. 23.06.88 0,5 усл. печ. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,56 уч.-изд. л.
Тир. 2200 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., 3.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 931