МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАРНАЛЛИТ ОБОГАЩЕННЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

БЗ 11—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР**

РАЗРАБОТЧИКИ

В.В. Вязовов, М.И. Муратова, В.Р. Янковский, Р.А. Дымшиц, М.И. Юркина, Т.В. Галаховская, Г.Л. Слободкина

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 18.06.70 № 926**

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.007—76	1а.1
ГОСТ 427—75	2.9.2.2
ГОСТ 804—93	2.7.1
ГОСТ 1770—74	2.7.1, 2.8.1
ГОСТ 3118—77	2.7.1, 2.8.1
ГОСТ 3760—79	2.7.1
ГОСТ 3773—72	2.7.1
ГОСТ 4108—72	2.8.1
ГОСТ 4145—74	2.7.1, 2.8.1
ГОСТ 4233—77	2.7.1, 2.8.1
ГОСТ 4234—77	2.7.1
ГОСТ 5456—79	2.7.1
ГОСТ 6259—75	2.8.1
ГОСТ 6709—72	2.7.1, 2.8.1, 2.9.2.2
ГОСТ 6859—72	2.7.1
ГОСТ 7328—82	2.7.1, 2.8.1, 2.9.1.1, 2.9.2.2
ГОСТ 9147—80	2.8.1
ГОСТ 10652—73	2.7.1
ГОСТ 12026—76	2.7.1, 2.8.1
ГОСТ 18300—87	2.7.1
ГОСТ 24104—88	2.7.1, 2.8.1, 2.9.1.1, 2.9.2.2
ГОСТ 24363—80	2.7.1
ГОСТ 25336—82	2.7.1, 2.8.1, 2.9.1.1
ГОСТ 29227—91	2.7.1, 2.8.1
ГОСТ 29251—91	2.7.1, 2.8.1

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в сентябре 1981 г., ноябре 1983 г., ноябре 1989 г. (ИУС 1—82, 3—84, 3—90)**

УДК 661.424.5 Группа Л14

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАРНАЛЛИТ ОБОГАЩЕННЫЙ

Технические условия

ГОСТ 16109—70

Concentrated carnallite.
Specification

ОКП 17 1411 0001 00

Дата введения 01.01.71

Настоящий стандарт распространяется на обогащенный карналлит, получаемый в результате переработки калийно-магниевых соляных руд и используемый в качестве исходного сырья для производства металлического магния и для других целей.

Формула: $KCl \cdot MgCl_2 \cdot 6H_2O$.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. Обогащенный карналлит должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1.1. Обогащенный карналлит должен отвечать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма
1. Внешний вид	Кристаллический продукт, белый с сероватым и розоватым оттенком
2. Массовая доля хлористого магния ($MgCl_2$), %, не менее	31,8
3. Массовая доля сульфатов в пересчете на сернокислый кальций ($CaSO_4$), %, не более	0,05
4. Массовая доля гигроскопической воды, %, не более	3,0

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

1А. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. По степени воздействия на организм человека обогащенный карналлит относится к 4-му классу опасности по ГОСТ 12.1.007.

1а.2. Обогащенный карналлит не образует токсичных соединений в воздушной среде, негорюч и взрывобезопасен.

Предельно допустимая концентрация пыли обогащенного карналлита в воздухе рабочей зоны производственных помещений 10 мг/м^3.

1а.3. Работающие с обогащенным карналлитом должны быть обеспечены средствами индивидуальной защиты в соответствии с нормами выдачи специальной одежды, индивидуальных средств защиты органов дыхания, глаз и кожных покровов, утвержденными в установленном порядке.

Разд. 1а. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

1Б. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

1б.1. Обогащенный карналлит принимают партиями. Партией считают любое количество продукта, однородного по своим качественным показателям, одновременно направляемого в один адрес и сопровождаемого одним документом о качестве, содержащим:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование продукта;

обозначение настоящего стандарта;

соответствие требованиям настоящего стандарта или результаты проведенных анализов;

номер партии;

массу нетто;

дату изготовления;

штамп ОТК.

1б.2. Для контроля качества обогащенного карналлита, находящегося в движении, пробы отбирают с транспортерной ленты равномерно из расчета 5—25 кг от каждой партии.

Пробы продукта отбирают при разгрузке каждого вагона от насыпи.

1б.1, 1б.2. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

1б.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей всю партию бракуют.

Разд. 1б. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

2. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

2.1. Точечные пробы с транспортерной ленты отбирают в местах перепада потока механическим пробоотборником или вручную совком.

Масса точечной пробы должна быть не менее 0,5 кг.

Отбор проб при разгрузке вагонов методом вычерпывания проводится на $^1/_3$ и $^2/_3$ высоты вагонов при выгрузке продукта на склад.

В каждом случае отбирают по пять точечных проб с поверхности насыпи по образующей конуса.

Масса точечной пробы должна быть не менее 0,5 кг.

Точечные пробы соединяют в объединенную пробу, тщательно перемешивают и сокращают методом квартования до получения средней пробы массой не менее 0,2 кг.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.2. Среднюю пробу помещают в чистую сухую герметично закрываемую емкость.

На емкость прикрепляют этикетку с указанием наименования предприятия-изготовителя и его товарного знака, наименования продукта, номера партии, даты отбора пробы и фамилии пробоотборщика и направляют в лабораторию для анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2а. Анализы проводят в помещении химической лаборатории при температуре окружающего воздуха (20±5) °С.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

2.3—2.6. **(Исключены, Изм. № 2).**

2.7. Определение массовой доли хлористого магния

Определение проводят комплексонометрическим методом в диапазоне массовой доли хлористого магния в обогащенном карналлите от 30 до 33 %.

Метод основан на способности динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилон Б) образовывать в аммиачной буферной среде (pH~10) прочные комплексные растворимые соединения с ионами магния и кальция, а в щелочной среде (pH~12) — с ионами кальция. Конец реакции устанавливается с помощью индикаторов.

2.7.1. *Аппаратура, реактивы, материалы и растворы*

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104, 2 и 4-го классов точности с наибольшими пределами взвешивания 200 и 500 г соответственно.

Наборы гирь Г-2—210 2-го класса точности и Г-4—610 4-го класса точности по ГОСТ 7328.

Бюретка 3—2—50 или 5—2—50 по ГОСТ 29251.

Пипетка 2—2—5(25) по ГОСТ 29227.

Колба 1—250(1000)—2 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1—10(100, 1000) по ГОСТ 1770.

Прибор для отмеривания серной кислоты по ГОСТ 6859.

Капельница 2—25(50) ХС по ГОСТ 25336.

Стакан В-1—100(150, 400, 1000) ТС по ГОСТ 25336.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Воронка В-56—80 ХС по ГОСТ 25336.

Фильтр бумажный обеззоленный «синяя лента» или из фильтровальной лабораторной бумаги по ГОСТ 12026.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652.

Цинк марки гранулированный, ч.д.а.

Магний первичный в чушках по ГОСТ 804.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч.д.а., раствор с массовой долей 10 %.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, ч.д.а.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.д.а., раствор с массовой долей 25 % (плотность 0,907 г/см^3).

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.д.а., разбавленная 1:1.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, ч.д.а.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, ч.д.а.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145, х.ч.

2, 2′ 2″-нитрилотриэтанол (триэтаноламин).

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, ч.д.а.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Хромовый темно-синий (кислотный хром темно-синий).

Эриохром черный Т.

Эриохром сине-черный Р, цинковая соль.

Индикаторные смеси эриохрома черного Т и хромового темно-синего.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2.7.2. *Подготовка к анализу*

2.7.2.1. *Приготовление растворов*

Раствор трилона Б молярной концентрации c ($C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2{\cdot}2H_2O$) = 0,025 моль/дм^3: 9,307 г трилона Б переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют, доводят водой до метки, перемешивают. Если раствор мутный, фильтруют. Раствор устойчив в течение 6 мес.

Раствор хлористого цинка молярной концентрации $c(ZnCl_2)$ = 0,025 моль/дм^3: 1,635 г металлического цинка, свежеочищенного стальным ножом от окиси, измельчают и сразу же взвешивают, помещают в стакан вместимостью 150 см^3, цилиндром добавляют 15 см^3 соляной кислоты, добавляют 50—70 см^3 воды и растворяют при медленном нагревании. Стакан накрывают стеклом. После растворения цинка стекло смывают водой в стакан и раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят водой до метки, перемешивают. Раствор годен к использованию в течение 6 мес.

Раствор гидроокиси калия с массовой долей 10 %: 100,0 г гидроокиси калия переносят в стакан из термостойкого стекла (или фарфоровый) вместимостью 1000 см^3, цилиндром приливают 900 см^3 воды, перемешивают. Раствор годен к использованию в течение 1 мес.

Аммиачный буферный раствор с pH~10: 54,0 г хлористого аммония переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают цилиндром 200—250 см^3 воды, к полученному раствору добавляют 350 см^3 водного раствора аммиака, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают. Раствор годен к использованию в течение 2 мес.

Раствор хромового темно-синего: 0,10 г хромового темно-синего переносят в стакан вместимостью 100 см^3, цилиндром приливают 50 см^3 смеси, состоящей из 20 см^3 этилового спирта и 30 см^3 2, 2′, 2″-нитрилотриэтанола, перемешивают. Раствор годен к использованию в течение 1 мес. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

Раствор эриохрома сине-черного: 0,20 г эриохрома сине-черного переносят в стакан вместимостью 100 см^3, цилиндром приливают 50 см^3 смеси, состоящей из 20 см^3 этилового спирта и 30 см^3 2, 2′, 2″-нитрилотриэтанола, перемешивают. Раствор годен к использованию в течение 1 мес.

Раствор эриохрома черного Т: 0,25 г эриохрома черного Т помещают в стакан вместимостью 100 см^3, цилиндром приливают 20 см^3 этилового спирта, добавляют 2,0 г гидрохлорида гидроксиламина, доводят объем раствора этиловым спиртом до 50 см^3, перемешивают. Раствор годен к использованию в течение 2 недель. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

Индикаторные смеси эриохрома черного Т и хромового темно-синего: 0,10 г индикатора растирают в ступке с 10,00 г хлористого натрия или хлористого калия. Смесь хранят в герметично закрытой банке из темного стекла. Смеси годны к использованию в течение 10—12 мес.

Коэффициент поправки раствора трилона Б молярной концентрации $c(C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2{\cdot}2H_2O)$= = 0,025 моль/дм^3 устанавливают следующим образом: отбирают пипеткой 25 см^3 раствора хлористого цинка, переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют цилиндром 65 см^3 воды, прибором для отмеривания серной кислоты — 10 см^3 буферного аммиачного раствора, 7—8 капель

индикатора эриохрома черного Т и титруют раствором трилона Б при постоянном перемешивании до перехода винно-красной окраски раствора в синюю.

Титрование повторяют три раза.

Коэффициент поправки раствора трилона Б вычисляют по формуле

$$K = \frac{25}{V},$$

где 25 — объем раствора хлористого цинка, взятый для титрования, см^3;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3.

Результаты анализа вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака. За результат анализа принимают среднее значение трех титрований (K). Допускаемое расхождение между минимальным и максимальным значениями не должно превышать 0,0025.

Коэффициент поправки раствора трилона Б должен быть в пределах 0,9500—1,0500. Коэффициент поправки проверяют 1 раз в месяц.

2.7.2.2. *Подготовка анализируемого раствора*

Около 10,000 г обогащенного карналлита переносят водой в мерную колбу вместимостью 250 см^3, растворяют, доводят водой до метки, перемешивают. Затем раствор фильтруют через сухой фильтр в сухую коническую колбу, отбрасывая первую порцию фильтрата.

2.7.3. *Проведение анализа*

В две конические колбы вместимостью 250 см^3 переносят пипеткой по 5 см^3 фильтрата, приготовленного по п. 2.7.2.2. В до колбу для титрования суммы ионов магния и кальция добавляют цилиндром 85 см^3 воды, 10 см^3 аммиачного буферного раствора, 7—8 капель индикатора эриохрома черного Т и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из винно-красной в синюю.

В колбу для титрования ионов кальция добавляют цилиндром 85 см^3 воды, 10 см^3 раствора гидроокиси калия, 7—8 капель раствора эриохрома сине-черного или хромового темно-синего и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из малиновой в голубую при титровании с эриохромом сине-черным, в сиреневую при титровании с хромовым темно-синим.

Оставшийся фильтрат используют для определения массовой доли сернокислого кальция по п. 2.8.3.

2.7.4. *Обработка результатов*

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

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot K \cdot 0{,}002381 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 5},$$

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование суммы ионов магния и кальция, см^3;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование ионов кальция, см^3;

K — коэффициент поправки раствора трилона Б;

0,002381 — масса хлористого магния, соответствующая массе трилона Б, содержащегося в 1 см^3 раствора концентрации точно $c(C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O) = 0{,}025$ моль/дм^3, г;

m — масса навески, г;

250 — вместимость мерной колбы, см^3;

5 — объем анализируемого раствора, см^3.

Результаты анализа вычисляют с точностью до второго десятичного знака.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,15 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Полученный результат округляют до первого десятичного знака.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,2 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Допускаемое расхождение двух определений не должно превышать 0,3 % хлористого магния.

2.7.5. *Контроль точности анализа*

Для контроля точности определения массовой доли хлористого магния используют контрольный раствор, соответствующий раствору массовой концентрации ~ 40 г/дм^3 обогащенного карналлита, в котором массовая доля хлористого магния равна 31,8 %.

2.7.5.1. *Приготовление контрольного раствора*

Раствор готовят следующим образом: 3,247 г металлического магния помещают в стакан вместимостью 400 см^3, добавляют цилиндром 50 см^3 соляной кислоты и растворяют при медленном нагревании. Стакан накрывают стеклом. Раствор переносят водой в мерную колбу вместимостью 1000 см^3. Затем в эту же колбу переносят 1,44 г хлористого натрия, 10,20 г хлористого калия и 0,021 г

сернокислого калия перекристаллизованного, высушенного в течение 2 ч при (105±5) °С. Объем раствора доводят до метки водой, перемешивают. Срок хранения раствора 1 мес.

Раствор используют также для контроля точности определения массовой доли сернокислого кальция по п. 2.8.5.

Определение массовой доли хлористого магния в растворе осуществляют по описанной методике. Среднее арифметическое результатов двух параллельных определений не должно отклоняться от расчетного значения на величину верхней (Δ в= 0,15) и нижней (Δ н = —0,15) границ допускаемой абсолютной суммарной погрешности результата анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Контроль точности определения массовой доли хлористого магния проводят не реже 1 раза в месяц. Условия анализа контрольного раствора и текущих анализов должны быть идентичными.

2.7—2.7.5. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

2.8. Определение массовой доли сульфатов в пересчете на сернокислый кальций

Определение проводят турбидиметрическим методом в диапазоне массовой доли сернокислого кальция в обогащенном карналлите от 0,01 до 0,08 %.

Сущность метода заключается в образовании суспензии сульфата бария в присутствии глицерина, используемого в качестве стабилизатора, и измерении ее оптической плотности на фотоэлектроколориметре.

2.8.1. *Аппаратура, реактивы, материалы и растворы*

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104, 2 и 4-го классов точности с наибольшим пределом взвешивания 200 и 500 г соответственно.

Наборы гирь Г-2—210 2-го класса точности и Г-4—610 4-го класса точности по ГОСТ 7328.

Колориметр фотоэлектрический концентрационный типа КФК или другие аналогичные приборы, не уступающие указанному по своим метрологическим характеристикам.

Сушильный шкаф СНОЛ-2, 5.2, 5.2, 5/2М2У 4, 2.

Колба 1—250(1000)—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетка 2—2—50, 6—2—10 по ГОСТ 29227.

Бюретка 1—2—50 по ГОСТ 29251.

Цилиндр 1—10(100) по ГОСТ 1770.

Колба 1—500 по ГОСТ 25336.

Колба Кн-1—100—14/23 ТС, Кн-2—250(2000)—34(50) ТХС по ГОСТ 25336.

Воронка Бюхнера 3 по ГОСТ 9147.

Воронка В-56—80 ХС по ГОСТ 25336.

Стакан В-1—400 ТС по ГОСТ 25336.

Стакан Н-1—400 ТХС по ГОСТ 25336.

Фильтр бумажный обеззоленный «синяя лента» или из фильтровальной лабораторной бумаги по ГОСТ 12026.

Барий хлористый 2-водный по ГОСТ 4108, х.ч., перекристаллизованный: 100,0 г хлористого бария переносят в стакан вместимостью 400 $см^3$, добавляют цилиндром 200 $см^3$ воды, растворяют при нагревании и перемешивании раствора до температуры кипения. Если горячий раствор содержит какие-либо механические примеси или муть, его отфильтровывают через воронку Бюхнера под вакуумом. Фильтрат упаривают до появления кристаллов хлористого бария. Раствор охлаждают до комнатной температуры. Выпавшие кристаллы отфильтровывают под вакуумом, промывают небольшим количеством холодной воды, отжимают на фильтре. Отфильтрованные кристаллы высыпают на фильтровальную бумагу, сверху закрывают другим листом фильтровальной бумаги и сушат на воздухе.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145, х.ч., перекристаллизованный: 40,0 г сернокислого калия переносят в стакан вместимостью 400 $см^3$, добавляют цилиндром 200 $см^3$ воды, растворяют при нагревании и перемешивании раствора до температуры кипения. Если горячий раствор содержит какие-либо механические примеси или муть, его отфильтровывают через воронку Бюхнера под вакуумом. Фильтрат упаривают до появления кристаллов сернокислого калия. Затем раствор охлаждают до комнатной температуры, выпавшие кристаллы отфильтровывают под вакуумом, промывают небольшим количеством холодной воды, отжимают на фильтре. Отфильтрованные кристаллы высыпают на фильтровальную бумагу, сверху закрывают другим листом фильтровальной бумаги и сушат на воздухе. Затем сернокислый калий сушат до постоянной массы в сушильном шкафу при (120±5) °С.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х.ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

Глицерин по ГОСТ 6259, ч.д.а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2.8.2. *Подготовка к анализу*

2.8.2.1. *Приготовление растворов*

Раствор сернокислого калия с массовой концентрацией сульфат-ионов 0,1 мг/см³: 0,181 г сернокислого калия, перекристаллизованного, высушенного в течение 2 ч при (105±5) °С, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в воде, доводят водой до метки и перемешивают.

Для приготовления кондиционирующего раствора 120,0 г хлористого натрия переносят в склянку, приливают цилиндром 500 см³ воды, после растворения соли в раствор добавляют цилиндром 10 см³ соляной кислоты и 500 см³ глицерина, перемешивают и добавляют 50,0 г хлористого бария. Раствор выстаивается 2 сут и при необходимости фильтруется. Устойчив в течение 1 мес.

2.8.2.2. *Построение градуировочного графика*

В семь колб вместимостью 250 см³ из бюретки добавляют последовательно 5; 15; 25; 35; 45; 55; 65 см³ раствора сернокислого калия, приготовленного по п. 2.8.2.1, доводят водой до метки, перемешивают.

Из каждой мерной колбы отбирают пипеткой 50 см³ раствора в конические колбы с притертыми пробками вместимостью 100 см³, добавляют градуированной пипеткой 10 см³ кондиционирующего раствора. Растворы встряхивают в течение 1 мин, выдерживают 15—20 мин, снова встряхивают в течение 15 с и измеряют оптическую плотность раствора при длине волны $\lambda = 400$ нм (синий светофильтр) в кюветах с толщиной поглощающего слоя $l = 50$ мм. В качестве раствора сравнения служит дистиллированная вода.

Для каждого раствора измеряют оптическую плотность не менее 2 раз. По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массу сульфат-ионов в миллиграммах в 50 см³ раствора, на оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности. Масса сульфат-ионов в 50 см³ растворов, используемых для построения градуировочного графика, соответствует 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 0,9; 1,1; 1,3 мг.

При смене кондиционирующего раствора строится новый градуировочный график.

2.8.3. *Проведение анализа*

Отбирают пипеткой 50 см³ фильтрата, полученного по п. 2.7.3, в коническую колбу вместимостью 100 см³ добавляют пипеткой 10 см³ кондиционирующего раствора. Раствор встряхивают в течение 1 мин, через 15—20 мин снова встряхивают в течение 15 с и измеряют оптическую плотность раствора, как указано в п. 2.8.2.2. По полученной оптической плотности при помощи градуировочного графика определяют массу сульфат-ионов в миллиграммах.

2.8.4. *Обработка результатов*

Массовую долю сернокислого кальция (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 1{,}4172 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 50 \cdot 1000},$$

где m_1 — масса сульфат-ионов, найденная по градуировочному графику, мг;

1,4172 — коэффициент пересчета массы сульфат-ионов на сернокислый кальций;

m — масса навески, г.

Результаты анализа вычисляют с точностью до третьего десятичного знака.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,004 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Полученный результат округляют до второго десятичного знака.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,004 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Допускаемое расхождение двух определений не должно превышать 0,006 % сернокислого кальция.

2.8.5. *Контроль точности анализа*

Для контроля точности определения массовой доли сернокислого кальция используют контрольный раствор, приготовленный по п. 2.7.5.1 и соответствующий раствору с массовой концентрацией ~40 г/дм³ обогащенного карналлита, в котором массовая доля сернокислого кальция равна 0,04 %.

Определение массовой доли сульфат-ионов в пересчете на сернокислый кальций осуществляют по описанной методике. Среднее арифметическое результатов двух параллельных определений не должно отклоняться от расчетного значения на величину верхней (Δ в=0,004) и нижней (Δ н = —0,004) границ допускаемой абсолютной суммарной погрешности результата анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Контроль точности определения массовой доли сернокислого кальция проводят не реже 1 раза в месяц. Условия анализа контрольного раствора и текущих анализов должны быть идентичными.

2.9. Определение массовой доли гигроскопической воды

2.9.1. *Метод определения массовой доли гигроскопической воды высушиванием в сушильном шкафу под вакуумметрическим давлением*

Метод применяется в диапазоне массовой доли гигроскопической воды в обогащенном карналлите от 2,0 до 4,0 %.

2.9.1.1. *Аппаратура*

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Гири Г-2—210 по ГОСТ 7328.

Вакуумный сушильный шкаф, обеспечивающий температуру нагрева (60±5) °С.

Стаканчик СН-60/14 по ГОСТ 25336.

Эксикатор 2—190 по ГОСТ 25336.

2.9.1.2. *Проведение анализа*

2,000—3,000 г обогащенного карналлита помещают в стаканчик и сушат в сушильном шкафу при (60±5) °С и вакуумметрическом давлении 0,07—0,08 МПа (0,7—0,8 кгс/см^3) в течение 2 ч.

Затем стаканчик с пробой охлаждают в эксикаторе в течение 30 мин и взвешивают на лабораторных весах 2-го класса точности.

2.9.1.3. *Обработка результатов*

Массовую долю гигроскопической воды (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса стаканчика с навеской до высушивания, г;

m_2 — масса стаканчика с навеской после высушивания, г;

m — масса навески, г.

Результаты анализа вычисляют с точностью до второго десятичного знака.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,15 % при доверительной вероятности P=0,95.

Полученный результат округляют до первого десятичного знака.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,2 % при доверительной вероятности P=0,95.

Допускаемое расхождение двух параллельных определений не должно превышать 0,3 % гигроскопической воды.

2.9.1.4. *Контроль точности анализа*

Контроль точности анализа проводят по способу варьирования массы навески продукта в пределах 2,000—3,000 г.

Результаты определения массовой доли гигроскопической воды в пробе из разных навесок не должны отличаться более чем на 0,3 %.

Контроль точности определения массовой доли гигроскопической воды проводят не реже 1 раза в месяц.

2.9.2. *Метод определения массовой доли гигроскопической воды с использованием хроматографа*

Метод применяется в диапазоне массовой доли гигроскопической воды в обогащенном карналлите от 2,0 до 4,0 %.

Сущность метода заключается в выдувании гигроскопической воды из навески обогащенного карналлита потоком газа-носителя и измерении дифференциальным способом с помощью детектора по теплопроводности аналитического сигнала.

2.9.2.1. *Нормы точности измерений*

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа массовой доли гигроскопической воды в обогащенном карналлите ±0,2 % при доверительной вероятности P=0,95.

Допускаемое расхождение результатов параллельных определений не должно превышать 0,2 %.

2.9.2.2. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Хроматограф типа ЛХМ-8 МД или аналогичный с детектором по теплопроводности с пределом обнаружения по пропану $8 \cdot 10^{-8}$ мг/см^3.

Кран четырехходовой, выполненный из бронзы или стекла.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Гири Г-2—210 по ГОСТ 7328.

Микрошприц МШ-10М.

Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427.

Секундомер механический.

Гелий марки Б.
Бумага диаграммная.
Трубка ТХ-U-1—60 по ГОСТ 25336.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2.9.2.3. При проведении анализа должны соблюдаться следующие условия:
температура окружающей среды (23±5) °С;
атмосферное давление (101,3±10,0) кПа;
относительная влажность воздуха (65±15) %.

2.9.2.4. *Подготовка к анализу*

2.9.2.4.1. *Подготовка прибора к анализу*

Прибор включают в последовательности согласно инструкции по эксплуатации и выводят на режим в течение 2,5 ч. При проведении анализа устанавливают параметры прибора в соответствии с табл. 2.

Условия хроматографического анализа в зависимости от содержания гигроскопической воды в обогащенном карналлите

Таблица 2

Наименование параметра работы прибора	Значение параметра работы прибора при массовой доле гигроскопической воды в пробе 2,0—4,0 %
Скорость газа-носителя (гелия), ($см^3$/мин)	300—350
Температура, °С: термостата колонок	80—85
испарителя	100—125
Ток моста, мА	135—150
Скорость диаграммной ленты, мм/ч	2400
Чувствительность	x^{30}
Масса навески, г	0,3—0,5

2.9.2.4.2. *Построение градуировочного графика*

В *U*-образную трубку микрошприцем помещают дистиллированную воду в объеме 4, 6, 8, 10 мкл. Оба конца *U*-образной трубки подсоединяют к свободным концам четырехходового крана посредством силиконовых трубок. Включают движение диаграммной ленты на самописце. Убедившись, что на ленте регистрируется горизонтальная нулевая линия, открывают поворотом ручки четырехходовой кран и закрывают дверцу термостата.

Площадь хроматографического пика, регистрируемого при этом на диаграммной ленте, соответствует массе выдуваемой из трубки воды.

Регистратор отключают после того, как перо выйдет на горизонтальную нулевую линию. Диаграммную ленту обрывают, карандашом соединяют начало пика с началом горизонтальной линии, проведенной пером регистратора после хроматографического пика (см. чертеж).

Участок диаграммной ленты, ограниченный прямой линией и кинетической кривой, вырезают и взвешивают на аналитических весах (Y_i) с точностью до четвертого десятичного знака.

По известной массе воды, взятой на измерение $X_i = V \cdot d$ и массе участка диаграммной ленты (Y_i), соответствующей площади хроматографического пика, вычисляют уравнение линейной регрессии вида

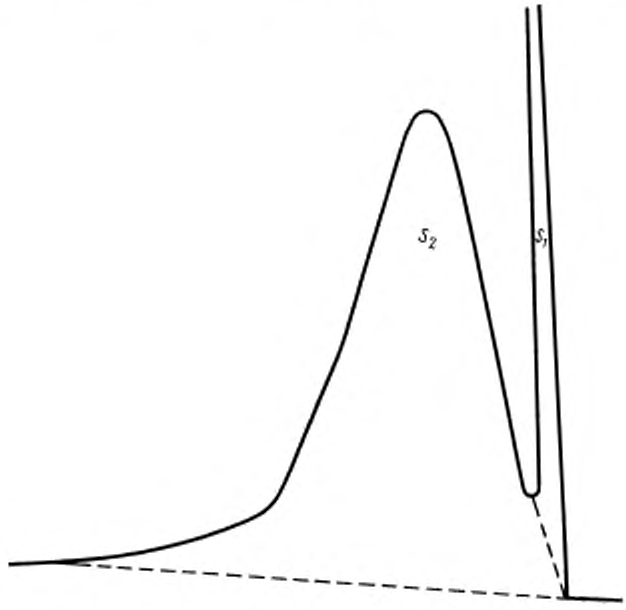
$$Y_i = A + BX_i ,$$

где A и B — коэффициенты в уравнении линейной регрессии;
d — плотность дистиллированной воды при температуре измерения, г/мл;
V — объем дистиллированной воды, помещенной в *U*-образную трубку, мкл.

$$B = \frac{n \sum X_i Y_i - \sum X_i \sum Y_i}{n \sum X_i^2 - (\sum X_i)^2}; \qquad A = \frac{\sum Y_i - \sum X_i}{n},$$

где X_i — масса воды, взятая на единичное наблюдение, г;
Y_i — масса участка диаграммной ленты, соответствующего площади хроматографического пика, г;
n — общее число параллельных определений.

Схема обработки хроматограммы образца обогащенного карналлита



S_1 — пик воздуха; S_2 — пик гигроскопической воды

Расчет значений A и B проводят с точностью до пятого десятичного знака.

По каждой точке градуировочного графика проводят не менее двух параллельных определений, расхождение между которыми для Y_i (в интервале 0,15—0,45 г) не должно превышать 0,005 г.

Результаты определения округляют до четвертого десятичного знака.

2.9.2.5. *Проведение анализа*

В U-образную трубку, взвешенную с точностью до четвертого десятичного знака, помещают навеску обогащенного карналлита массой 0,300—0,500 г. Оба конца U-образной трубки подсоединяют к свободным концам четырехходового крана. Включают движение диаграммной ленты на регистраторе и далее проводят анализ аналогично п. 2.9.2.4.2. Время измерения не превышает 15 мин.

2.9.2.6. *Обработка результатов*

Массовую долю гигроскопической воды (X'_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2' = \frac{Y_i - A}{B} \cdot \frac{100}{m},$$

где A и B — коэффициенты в уравнении линейной регрессии;

Y_i — масса участка диаграммной ленты, ограниченного кинетической кривой и горизонтальной нулевой линией, г;

m — масса навески, г.

Результаты анализа вычисляют с точностью до третьего десятичного знака. Полученный результат округляют до второго десятичного знака.

2.9.2.7. *Контроль точности анализа*

Контроль точности определения массовой доли гигроскопической воды проводят 1 раз в месяц по рядовой пробе обогащенного карналлита путем сравнения результатов, полученных по п. 2.9.1.

Результаты определения массовой доли гигроскопической воды не должны отличаться более чем на 0,2 %.

2.9.3. При разногласиях в оценке массовой доли гигроскопической воды анализ проводят высушиванием в сушильном шкафу под вакуумметрическим давлением.

2.8—2.9. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

3. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

3.1. Обогащенный карналлит транспортируют в открытых и крытых железнодорожных вагонах насыпью в соответствии с правилами перевозки грузов и условиями погрузки и крепления грузов, утвержденными Министерством путей сообщения, а также с помощью конвейера.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. **(Исключен. Изм. № 2).**

3.3. Продукт хранят в крытых складских помещениях, защищенных от попадания влаги.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

4.1. Изготовитель гарантирует соответствие обогащенного карналлита требованиям настоящего стандарта при соблюдении потребителем условий хранения.

4.2. Гарантийный срок хранения обогащенного карналлита — один месяц со дня изготовления.

Разд. 4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

Редактор *Р.С.Федорова*
Технический редактор *В.Н.Прусакова*
Корректор *В.С.Черная*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 11.05.99. Подписано в печать 23.06.99. Усл.печ.л. 1,40. Уч.-изд.л. 1,20.
Тираж 115 экз. С 3198. Зак. 522.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru