МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32767— 2014

Дороги автомобильные общего пользования

ПОРОШОК МИНЕРАЛЬНЫЙ

Метод определения содержания полуторных окислов

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Обществом с ограниченной ответственностью «Центр метрологии, испытаний и стандартизации», Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 418 «Дорожное хозяйство»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по переписке (протокол от 30 мая 2014 г. № 67-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 сентября 2014 г. № 1252-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32767—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 февраля 2015 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2014, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 2
4 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам и реактивам . . . 2
5 Метод испытаний . . . 2
6 Требования безопасности и охраны окружающей среды . . . 2
7 Требования к условиям испытаний . . . 2
8 Подготовка к выполнению испытаний . . . 3
9 Порядок выполнения испытаний . . . 4
10 Обработка результатов испытаний . . . 4
11 Оформление результатов испытаний . . . 6
12 Контроль точности результатов измерений . . . 6

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Дороги автомобильные общего пользования

ПОРОШОК МИНЕРАЛЬНЫЙ

Метод определения содержания полуторных окислов

Automobile roads of general use. Mineral powder.
Method of determining the content of sesquialteral oxides

Дата введения — 2015—02—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на активированные и неактивированные минеральные порошки, а также на неактивированные минеральные порошки из отходов промышленного производства для приготовления асфальтобетонных и других видов органоминеральных, а также щебеночно-мастичных смесей, который устанавливает метод определения полуторных окислов (оксидов) ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.044 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения

ГОСТ 12.4.131 Халаты женские. Технические условия

ГОСТ 12.4.132 Халаты мужские. Технические условия

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 6563 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 8269.1—97 Щебень и гравий из плотных горных пород и отходов промышленного производства для строительных работ. Методы химического анализа

ГОСТ 28846 (ИСО 4418—78) Перчатки и рукавицы. Общие технические условия

ГОСТ 32761 Дороги автомобильные общего пользования. Порошок минеральный. Технические требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 32761, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **полуторные окислы:** Элементы, которые при силикатном анализе осаждаются аммиаком.

3.2 **единичная проба:** Проба минерального порошка, полученная методом квартования из лабораторной пробы и предназначенная для сокращения до требуемого количества мерных проб для проведения испытания.

3.3 **мерная проба:** Количество минерального порошка, используемое для получения одного результата в одном испытании.

4 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам и реактивам

При проведении испытания по определению содержания полуторных окислов в минеральном порошке применяют средства измерений, вспомогательные устройства и материалы по 4.5.1.1 ГОСТ 8269.1 со следующими дополнениями:

- тигель платиновый по ГОСТ 6563;
- натрий углекислый (карбонат натрия) безводный по ГОСТ 83.

5 Метод испытаний

Сущность метода заключается в способности комплексона III (динатриевой соли этилендиамин — N, N, N1, N1 — тетрауксусной кислоты — трилона Б) образовывать комплексы с ионами Fe^{3+} и Al^{3+}. Комплексонат железа (III) возникает при pH = (1,25 ± 0,25).

В качестве индикатора применяют сульфосалициловую кислоту, которая в сильнокислой среде дает с ионами трехвалентного железа растворимый сульфосалицилат железа, окрашенный в фиолетовый цвет.

В точке эквивалентности окраска сульфосалицилата железа исчезает.

Содержание оксида алюминия находят в той же мерной пробе обратным титрованием. Для этого после определения железа в раствор приливают трилон Б в количестве большем, чем надо для связывания алюминия в комплекс, а избыток трилона Б оттитровывают хлоридом железа (III).

Метод основан на комплексометрическом определении оксидов железа и алюминия двумя различными способами:

- определение оксидов железа и алюминия непосредственно из взятой мерной пробы минерального порошка;
- определение оксидов железа и алюминия после предварительного отделения диоксида кремния.

6 Требования безопасности и охраны окружающей среды

6.1 При работе с минеральным порошком необходимо соблюдать требования техники безопасности, предусмотренные ГОСТ 12.1.007.

6.2 Активированные и неактивированные минеральные порошки, а также неактивированные минеральные порошки из отходов промышленного производства в соответствии с ГОСТ 12.1.044 относятся к негорючим веществам.

6.3 Персонал при работе с минеральным порошком должен быть обеспечен следующими средствами индивидуальной защиты:

- специальная одежда (халат) по ГОСТ 12.4.131 или ГОСТ 12.4.132;
- перчатки или рукавицы по ГОСТ 28846.

6.4 Утилизацию испытанного минерального порошка производят в соответствии с рекомендациями завода-изготовителя.

7 Требования к условиям испытаний

В помещениях, в которых проводятся испытания минерального порошка, должны соблюдать следующие условия.

- температура воздуха (23 ± 3) °С;
- относительная влажность воздуха (55 ± 10) %.

8 Подготовка к выполнению испытаний

8.1 Отбор и формирование проб необходимо проводить по ГОСТ 32761.

Масса единичной пробы должна быть не менее 1 г.

8.2 Подготовка к выполнению испытаний

При подготовке к выполнению испытания неактивированного минерального порошка и неактивированного минерального порошка из отходов промышленного производства высушивают единичную пробу в сушильном шкафу при температуре (110 ± 5) °С до достижения постоянной массы.

Примечание — Активированные минеральные порошки перед испытаниями не сушат.

8.2.1 Определение оксидов железа и алюминия непосредственно из взятой мерной пробы

При подготовке к выполнению испытания изготавливают следующие химические растворы для их дальнейшего использования при проведении испытания:

- титрованный раствор соли трехвалентного железа — (6,76 ± 0,01) г хлорида железа (III) $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ растворяют в (300 ± 2) мл воды, после чего раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью (1,0 ± 0,1) л, добавляют (15 ± 1) мл соляной кислоты плотностью 1,19 и доливают водой до отметки на колбе;

- титрованный раствор хлорида железа (III) устанавливают весовым методом. Для этого отбирают пипеткой (50 ± 1) мл раствора хлорида железа (III) и переносят его в стакан, добавляют от двух до трех капель индикатора метилового красного, ставят его на плитку и нагревают до кипения. Затем, сняв стакан с плитки, осаждают гидроксид железа раствором аммиака.

Раствор аммиака добавляют в таком количестве, которое обеспечит изменение окраски раствора из розовой в желтую и появление слабого запаха аммиака. Стакан выдерживают в теплом месте для коагуляции осадка (600 ± 10) с, после чего отфильтровывают осадок через неплотный фильтр «красная лента». Осадок на фильтре промывают не менее (9 ± 1) раз горячим раствором азотнокислого аммония (нитратом аммония). После чего осадок вместе с фильтром переносят в тигель, где подсушивают и прокаливают в муфельной печи при температуре (1000 ± 3) °С в течение (23 ± 2) мин до постоянной массы.

Титрованный раствор хлорида железа (III) по Fe_2O_3, г/мл, определяют по формуле

$$T_{FeCl_3/Fe_2O_3} = \frac{m}{50}, \quad (1)$$

где m — масса прокаленного осадка, г;

- сульфосалициловая кислота, 20%-ный раствор: (20 ± 1) г кислоты растворяют в (50 ± 1) мл питьевой воды, нейтрализуют 25%-ным раствором аммиака до изменения окраски индикаторной бумаги Конго из синего в фиолетовый цвет и разбавляют питьевой водой до (100 ± 2) мл;

- точный раствор соли алюминия: (0,6745 ± 0,0001) г чистого металлического алюминия растворяют в (11,2 ± 0,1) мл 25%-ного раствора соляной кислоты и добавляют питьевой воды до (1,0 ± 0,1) л. Титр полученного раствора по Al_2O_3 равен 0,0012745 г/мл;

- буферный раствор: (270 ± 1) г уксуснокислого натрия (ацетата натрия) растворяют в (300 ± 2) мл питьевой воды, фильтруют, разбавляют водой до (500 ± 2) мл, добавляют (500 ± 2) мл раствора уксусной кислоты, содержащего (70 ± 1) мл концентрированной или (90 ± 1) мл 30%-ной уксусной кислоты, и тщательно перемешивают;

- титрованный 0,025 М раствор трилона Б: (95 ± 1) г трилона Б растворяют в (1,0 ± 0,1) л воды, фильтруют в полиэтиленовую бутыль, разбавляют водой до (10,0 ± 0,5) л и тщательно перемешивают.

Титр раствора трилона Б по Fe_2O_3 устанавливают следующим образом: из бюретки наливают (20 ± 1) мл раствора хлорида железа (III) в коническую колбу вместимостью 250 мл, разбавляют его водой до (100 ± 2) мл, нагревают до (60 ± 10) °С, добавляют от семи до восьми капель сульфосалицилового индикатора и титруют раствором трилона Б до исчезновения фиолетового цвета сульфосалицилата железа.

Титр раствора трилона Б по Fe_2O_3, г/мл, определяют по формуле

$$T_{Fe_2O_3} = \frac{20 \cdot T_{FeCl_3/Fe_2O_3}}{V}, \quad (2)$$

где T_{FeCl_3/Fe_2O_3} — титр раствора хлорида железа (III), г/мл;

V — объем раствора трилона Б, идущего на титрование, мл.

Перед определением титра раствора трилона Б по оксиду алюминия находят соотношение между концентрациями раствора трилона Б и хлорида железа (III). Для этого в три конические колбы

вместимостью (250 ± 2) мл наливают из бюретки по (10 ± 1) мл раствора трилона Б, разбавляют его водой до 100 мл, добавляют (10 ± 1) мл буферного раствора, от семи до восьми капель сульфосалициловой кислоты и титруют раствором хлорида железа (III) до появления золотисто-оранжевого цвета, не исчезающего в течение (60 ± 5) с.

По среднему результату трех титрований вычисляют коэффициент соотношения K между концентрациями растворов хлорида железа (III) и трилона Б по формуле

$$K = \frac{10}{V}, \quad (3)$$

где V — объем раствора хлорида железа (III), идущего на титрование (10 ± 1) мл раствора трилона Б, мл.

Далее определяют титр раствора трилона Б по Al_2O_3.

Для этого в три конические колбы вместимостью (250 ± 2) мл наливают из бюретки по (25 ± 1) мл точного раствора соли алюминия, разбавляют его водой до (100 ± 2) мл, нейтрализуют 10%-ным раствором аммиака до перехода окраски бумаги Конго в красный цвет. Далее добавляют по капле соляную кислоту (1:3) до тех пор, пока не изменится окраска бумаги Конго в синий цвет, после чего добавляют от восьми до десяти капель соляной кислоты.

Далее к полученному раствору доливают (30 ± 1) мл раствора трилона Б, нагревают до кипения, прибавляют (10 ± 1) мл буферного раствора, от семи до восьми капель сульфосалициловой кислоты. После чего охлаждают до температуры (23 ± 3) °С и титруют раствором хлорида железа (III) до появления золотисто-оранжевого цвета, не исчезающего в течение (60 ± 5) с.

Титр раствора трилона Б по Al_2O_3, г/мл, определяют по формуле

$$T_{Al_2O_3} = \frac{25 \cdot T}{30 - K \cdot V}, \quad (4)$$

где T — титр раствора соли алюминия по Al_2O_3, г/мл;

K — коэффициент соотношения между концентрациями растворов трилона Б и хлорида железа;

V — объем раствора хлорида железа (III), идущего на титрование, мл.

8.2.2 Определение оксидов железа и алюминия после предварительного отделения диоксида кремния

Подготовка к испытанию по определению оксидов железа и алюминия после предварительного отделения диоксида кремния проводится по 8.2.1.

9 Порядок выполнения испытаний

9.1 Определение оксидов железа и алюминия непосредственно из взятой мерной пробы минерального порошка

При выполнении испытания из единичной пробы по 8.1 мерную пробу массой (0,15 ± 0,01) г помещают в платиновый тигель и спекают в муфельной печи при температуре (1000 ± 3) °С в течение (300 ± 10) с с таким же количеством безводного карбоната натрия.

После этого спек разминают в тигле палочкой и смачивают (5,0 ± 0,5) мл концентрированной соляной кислоты, затем выдерживают (15 ± 1) мин при температуре (23 ± 3) °С и выщелачивают в стакан вместимостью (175 ± 25) мл соляной кислотой соотношением (1:3). Полученный раствор разбавляют водой количеством от 100 до 150 мл и определяют железо и алюминий по 10.1.

9.2 Определение оксидов железа и алюминия после предварительного отделения диоксида кремния

Порядок проведения испытания по ГОСТ 8269.1—97 (4.5.1.2).

10 Обработка результатов испытаний

10.1 Определение оксидов железа и алюминия непосредственно из взятой мерной пробы

По результатам испытания (анализа) определяют массовую долю оксида железа (III) Fe_2O_3, %. Когда в анализируемой мерной пробе отсутствует оксид железа (II), его определяют по формуле

$$Fe_2O_3 = \frac{V \cdot T_{Fe_2O_3}}{m} \cdot 100, \quad (5)$$

где V — объем раствора трилона Б, пошедшего на титрование, мл;

$T_{Fe_2O_3}$ — титр раствора трилона Б по Fe_2O_3, г/мл;

m — масса мерной пробы, г.

При анализе минерального порошка, содержащего двух- и трехвалентное железо, массовую долю оксида трехвалентного железа Fe_2O_3 (III), %, определяют по формуле

$$Fe_2O_3\ (III) = Fe_2O_3 - 1{,}1114 \cdot FeO, \quad (6)$$

где Fe_2O_3 — содержание общего железа в пересчете на оксид железа (III), определенное по формуле (5), %;

1,1114 — коэффициент пересчета содержания оксида железа (II) на оксид железа (III);

FeO — содержание оксида железа (II), %, определяемое по формуле

$$FeO = \frac{V \cdot 0{,}007184}{m} \cdot 100, \quad (7)$$

где V — объем 0,1 Н раствора марганцовокислого калия (перманганата калия), пошедшего на титрование, мл;

0,007184 — количество оксида железа, соответствующее 1 мл 0,1 Н раствора марганцовокислого калия (перманганата калия), г;

m — масса мерной пробы, г, подготовленная по 8.2.

Массовую долю оксида алюминия Al_2O_3, %, определяют по формуле

$$Al_2O_3 = \frac{(V_0 - V_1 \cdot K) \cdot T_{Al_2O_3}}{m} \cdot 100, \quad (8)$$

где V_0 — объем раствора трилона Б, добавленного после определения оксида железа, мл;

V_1 — объем раствора хлорида железа (III), идущего на обратное титрование, мл;

K — коэффициент соотношения между концентрациями растворов трилона Б и хлорида железа (III);

$T_{Al_2O_3}$ — титр раствора трилона Б по Al_2O_3, г/мл.

Допустимое расхождение результатов двух параллельных определений содержания оксида железа и оксида алюминия не должно превышать значений, указанных в таблице 1.

Таблица 1

Наименование	Массовая доля, %	Абсолютное допустимое расхождение
Оксид железа	До 1,0 включ.	0,10
	От 1,0 до 3,0	0,15
	От 3,0 до 7,0	0,20
	От 7,0 до 25,0	0,30
	От 25	0,80
Оксид алюминия	От 1,0 до 3,0 включ.	0,15
	От 3,0 до 7,0	0,20
	От 7,0 до 20,0	0,30
	От 20,0 до 70,0	0,40
	От 70	0,50

10.2 Определение оксидов железа и алюминия после предварительного отделения диоксида кремния

Порядок обработки результатов испытания проводится по 10.1.

11 Оформление результатов испытаний

Результат испытания оформляется в виде протокола, который должен содержать:
- номер испытания;
- дату проведения испытания;
- название организации, проводившей испытание;
- ссылку на настоящий стандарт и отклонения от его требований;
- ссылку на акт отбора проб;
- результат испытания.

12 Контроль точности результатов измерений

Точность результатов измерений обеспечивается:
- соблюдением требований настоящего стандарта;
- проведением периодической оценки метрологических характеристик средств измерений;
- проведением периодической аттестации оборудования.

Лицо, проводящее измерения, должно быть ознакомлено с требованиями настоящего стандарта.

УДК 625.07:006.354 МКС 93.080.20

Ключевые слова: полуторные окислы, раствор, спек, выщелачивание

Редактор *Е.В. Яковлева*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Д.В. Кардановской*

Сдано в набор 30.08.2019. Подписано в печать 17.09.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,20.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru stinfo.ru

gost.e-ecolog.ru