ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

БЕТОН И ЖЕЛЕЗОБЕТОННЫЕ ИЗДЕЛИЯ

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ МАТЕРИАЛОВ

ЧАСТЬ 2

Издание официальное

Москва
ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
1985

gost.e-ecolog.ru

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

БЕТОН И ЖЕЛЕЗОБЕТОННЫЕ ИЗДЕЛИЯ

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ МАТЕРИАЛОВ

ЧАСТЬ 2

Издание официальное

МОСКВА—1985

ОТ ИЗДАТЕЛЬСТВА

Сборник «Бетон и железобетонные изделия. Методы испытаний материалов» часть 2 содержит стандарты, утвержденные до 1 января 1985 г.

В стандарты внесены все изменения, принятые до указанного срока. Около номера стандарта, в который внесено изменение, стоит знак *.

Текущая информация о вновь утвержденных и пересмотренных стандартах, а также о принятых к ним изменениях публикуется в выпускаемом ежемесячно информационном указателе «Государственные стандарты СССР».

30209
085(02)—85 —85

© Издательство стандартов, 1985

Группа Ж19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ЦЕМЕНТЫ ГЛИНОЗЕМИСТЫЙ, ВЫСОКОГЛИНОЗЕМИСТЫЙ И ГИПСОГЛИНОЗЕМИСТЫЙ РАСШИРЯЮЩИЙСЯ

Методы химического анализа

Cement alumina, high alumina and gypsum alumina expanding. Methods of chemical analysis

ГОСТ 9552—76

Взамен ГОСТ 9552—67

Постановлением Государственного комитета Совета Министров СССР по делам строительства от 10 декабря 1976 г. № 207 срок введения установлен с 01.01.78

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на глиноземистый, высокоглиноземистый и гипсоглиноземистый расширяющийся цементы и устанавливает методы их химического анализа.

Применение методов химического анализа предусматривается в стандартах и технических условиях, устанавливающих технические требования на глиноземистый, высокоглиноземистый и гипсоглиноземистый расширяющийся цементы.

1. ОБЩИЕ УКАЗАНИЯ

1.1. При химическом анализе глиноземистого, высокоглиноземистого, гипсоглиноземистого цементов должны применяться реактивы, соответствующие действующим стандартам, квалификации х. ч. и ч. д. а., дистиллированная вода по ГОСТ 6709—72 и беззольные фильтры. Калибровка применяемой мерной посуды должна быть проверена.

1.2. Для химического анализа цементов должна применяться средняя проба массой около 200 г, которая должна быть доставлена в лабораторию в стеклянной банке с плотно закрытой крышкой. Пробу тщательно перемешивают и квартованием сокращают до 25 г. Из этой пробы удаляют при помощи магнита попавшие в нее металлические части. Затем вторичным квартованием отбирают среднюю пробу цемента массой около 10 г, которую растирают в агатовой или яшмовой ступке до тонкости, характеризуемой прохождением всей пробы через сетку № 008 по ГОСТ 3584—73, и до окончания химического анализа хранят в стаканчике с притертой крышкой.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

1.3. Для анализа должна применяться навеска цемента, находящегося в воздушно-сухом состоянии.

1.4. Взвешивание навески производят на аналитических весах с точностью до ±0,0002 г.

1.5. Результаты химического анализа вычисляют с точностью до 0,01%. При определении результатов анализа должны вводиться поправки на загрязнение реактивов, воды и на зольность фильтров. Величины поправок находят контрольным (холостым) определением и анализом стандартного образца.

1.6. Под концентрацией растворов в процентах имеется в виду содержание вещества в граммах в 100 мл раствора.

1.7. Концентрацию разбавленных кислот в ряде случаев выражают как отношение объема кислоты к объему воды. Например, раствор соляной кислоты 1 : 3 означает, что один объем соляной кислоты плотностью 1,19 разбавлен тремя объемами воды.

1.8. Правильность установки титров растворов и точность выполнения всех определений контролируются анализом стандартных образцов.

2. МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

2.1. Определение содержания гигроскопической влаги

В предварительно высушенный и взвешенный стаканчик с притертой крышкой отвешивают около 1 г средней пробы глиноземистого или высокоглиноземистого цемента, помещают стаканчик в сушильный шкаф и сушат пробу при температуре 105—110° С. По истечении 2 ч стаканчик вынимают из шкафа щипцами с каучуковыми наконечниками, закрывают неплотно крышкой и охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры. После этого стаканчик взвешивают, предварительно плотно закрыв его крышкой. Для проверки постоянства массы производят повторное высушивание навески при той же температуре в течение 30 мин.

2.1.1. Подсчет результатов анализа

Содержание гигроскопической влаги (H_2O) в процентах вычисляют по формуле

$$H_2O = \frac{G_1 \cdot 100}{G_0},$$

где G_1 — разность в массе стаканчика с навеской до и после высушивания в г;

G_0 — воздушно-сухая навеска цемента в г.

После определения влаги производят пересчет на высушенную до постоянной массы навеску, именуемую в дальнейшем сухой навеской, массу которой (G) в граммах вычисляют по формуле

$$G = \frac{G_0 \cdot (100 - H_2O)}{100}.$$

Примечание. При определении гигроскопической влаги в гипсоглиноземистом цементе навеску цемента высушивают при температуре 50—60° С.

2.2. Определение содержания гидратной воды в гипсоглиноземистом цементе

Навеску цемента массой около 1 г помещают в предварительно прокаленный и взвешенный фарфоровый или платиновый тигель. Тигель с навеской прокаливают в муфельной печи при температуре, не превышающей 600° С. После прокаливания тигель с навеской охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют до получения постоянной массы.

2.2.1. *Подсчет результатов анализа*

Содержание гидратной воды (г. в.) в процентах вычисляют по формуле

$$\text{г. в.} = \left(\frac{G_1 \cdot 100}{G_0} - H_2O\right) \cdot \frac{100}{100 - H_2O},$$

где G_1 — разность в массе тигля до и после прокаливания в г;

G_0 — воздушно-сухая навеска цемента в г;

H_2O — содержание гигроскопической влаги в %.

2.3. Определение потери при прокаливании в глиноземистом и высокоглиноземистом цементах

Навеску цемента массой около 1 г помещают в предварительно прокаленный и взвешенный платиновый или фарфоровый тигель. Тигель с навеской высокоглиноземистого цемента постепенно нагревают в муфельной печи или на пламени газовой горелки до температуры 1000—1050° С, выдерживают при этой температуре в течение 30 мин, а затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют при той же температуре по 10 мин до получения постоянной массы.

Потерю массы при прокаливании глиноземистого цемента определяют прокаливанием навески около 1 г в муфельной печи при температуре 900—950° С в течение 1—2 мин; тигель с навеской охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют в течение 2—3 мин при той же температуре до прекращения уменьшения в массе прокаливаемой пробы.

2.3.1. *Подсчет результатов анализа*

Потерю при прокаливании (п.п.п.) в процентах вычисляют по формуле

$$\text{п.п.п.} = \left(\frac{G_1 \cdot 100}{G_0} - H_2O\right) \cdot \frac{100}{100 - H_2O}.$$

Обозначения приведены в формуле п. 2.2.1.

2.4. Определение содержания нерастворимого остатка в глиноземистом и высокоглиноземистом цементах (факультативно)

2.4.1. *Применяемые растворы и реактивы*

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор 1 : 10.

2.4.2. *Проведение анализа*

Навеску цемента около 1 г помещают в стакан вместимостью 200 мл, обрабатывают 100 мл раствора соляной кислоты, растирают цемент в течение 1 мин плоским концом стеклянной палочки и осторожно нагревают на плитке с асбестовой сеткой или на небольшом пламени газовой горелки. Затем содержимое стакана доводят до кипения. После 5 мин спокойного кипения (при помешивании) стакан снимают с сетки и жидкость фильтруют через неплотный беззольный фильтр. Осадок промывают горячей водой до исчезновения реакции на ион хлора (проба раствором азотнокислого серебра). Осадок вместе с фильтром прокаливают в платиновом или фарфоровом тигле при температуре 900—1000° С до постоянной массы.

2.4.3. *Подсчет результатов анализа*

Содержание нерастворимого остатка (н.о.) в процентах вычисляют по формуле

$$\text{н. о.} = \frac{G_1 \cdot 100}{G},$$

где G_1 — разность в массе тигля с прокаленным осадком и пустого тигля в г;

G — сухая навеска цемента в г.

2.5. Определение содержания двуокиси кремния в глиноземистом и гипсоглиноземистом цементах методом коагуляции желатиной

2.5.1. *Применяемые растворы и реактивы*

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 плотностью 1,19 и растворы 5 : 95 и 1 : 3.

Кислота фтористоводородная (плавиковая) по ГОСТ 10484—78, 40%-ная.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, свежеприготовленный раствор; готовят следующим образом: 1 г желатина растворяют в 100 мл воды и помещают в водяную баню, нагретую до 60—70° С.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 плотностью 1,84.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 плотностью 1,4.

2.5.2. *Проведение анализа*

Навеску 0,5 г цемента помещают в сухой стакан вместимостью 50 мл, накрывают часовым стеклом и осторожно добавляют 8—10 мл соляной кислоты. Стакан погружают в нагретую до 60—70° С водяную баню так, чтобы уровень жидкости в стакане был ниже уровня воды в бане и выдерживают в течение 10 мин, перемешивая время от времени содержимое стакана.

Затем в стакан прибавляют 8—10 мл раствора желатины, энергично перемешивают в течение 1 мин, не вынимают стакана из водяной бани, и дают постоять в бане еще 10 мин. Раствор несколько охлаждают и в теплом виде фильтруют через неплотный беззольный фильтр. Тщательно удаляют кусочком фильтра приставшие к стенкам стакана частички кремнекислоты и присоединяют к осадку. Осадок на фильтре промывают 2—3 раза горячим раствором соляной кислоты, а затем 10—12 раз небольшими порциями горячей воды (температура не выше 60—70° С), давая полностью стечь каждой порции. Осадок вместе с фильтром переносят во взвешенный платиновый тигель, озоляют без воспламенения, прокаливают в муфельной печи в течение 20—25 мин при температуре 1000—1050° С, охлаждают и взвешивают. Прокаливание повторяют до получения постоянной массы. Осадок в тигле смачивают несколькими каплями воды, прибавляют 2—3 капли серной кислоты и 7—8 мл фтористоводородной кислоты, выпаривают содержимое тигля на песчаной бане до прекращения выделения паров серной кислоты; после этого тигель прокаливают при температуре 1000—1050° С в течение 3—5 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Остаток после отгона кремнекислоты необходимо сплавить, растворить в небольшом количестве раствора соляной кислоты 1 : 3 и прибавить к основному фильтрату. Фильтрат сохраняют для определения остальных компонентов.

2.5.3. *Подсчет результатов анализа*

Содержание двуокиси кремния (SiO_2) в процентах вычисляют по формуле

$$SiO_2 = \frac{G_1 \cdot 100}{G},$$

где G_1 — разность в массе тигля с прокаленным осадком до и после выпаривания с плавиковой кислотой в г;

G — сухая навеска цемента в г.

Для получения результатов повышенной точности, помимо проверки на чистоту, необходимо определить содержание кремнекислоты в фильтрате после ее отделения. В этом случае фильтрат после отделения кремнекислоты подкисляют 1—2 мл азотной кис-

лоты, кипятят 2—3 мин для разрушения желатины, затем переводят в мерную колбу вместимостью 250 мл, доводят до метки водой, тщательно перемешивают и определяют содержание кремнекислоты колориметрическим методом по п. 3.1.

Содержание двуокиси кремния (SiO_2) в процентах в этом случае вычисляют по формуле

$$SiO_2 = \frac{G_1 \cdot 100}{G} + SiO_{2\ фильтр},$$

где $SiO_{2\ фильтр}$ — содержание SiO_2 в фильтрате в процентах, определенное по п. 3.1.

Отклонения в результатах параллельных определений двуокиси кремния не должны превышать ±0,20%.

2.6. Отделение окисей алюминия, железа и двуокиси титана

2.6.1. *Применяемые растворы и реактивы*

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 плотностью 1,4.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 10%-ный раствор.

Плавень-смесь натрия углекислого безводного по ГОСТ 83—79 и натрия тетраборнокислого (буры) по ГОСТ 4199—76 (безводного) в отношении по массе 2 : 1. В плавень допускается добавлять 0,5 г селитры на 100 г плавня для полного окисления железа и сульфидной серы.

Уротропин-гексаметилентетрамин, 20%-ный водный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 плотностью 1,19 и раствор 1 : 4.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, 2%-ный раствор, точно нейтрализованный аммиаком по метиловому красному.

Метиловый красный по ГОСТ 5853—51, 0,2%-ный раствор на этиловом синтетическом по ГОСТ 11547—80 или гидролизном спирте по ГОСТ 17299—78.

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

2.6.2. *Проведение анализа (с раствором аммиака)*

Фильтрат после отделения кремнекислоты переносят в стакан вместимостью 300 мл и выпаривают до объема 100 мл. Для высокоглиноземистого цемента навеску 0,5 г сплавляют с 2 г плавня при температуре около 1000° С в течение 5—7 мин и выщелачивают при нагревании в 60—70 мл раствора соляной кислоты. В растворы прибавляют по 10—12 капель азотной кислоты, доводят до кипения, слабо кипятят 1—2 мин, добавляют аммиак до начала появления осадка, который растворяют несколькими каплями соляной кислоты при кипячении. Затем прибавляют 1—2 капли метилового красного и осаждают гидроокиси, прибавляя аммиак по каплям до пожелтения раствора. Содержимое стакана разбавляют 100 мл кипящей воды, помещают на несколько ми-

нут в теплое место до просветления раствора над осадком, после чего фильтруют через неплотный беззольный фильтр. Осадок промывают 3—4 раза горячим раствором азотнокислого аммония, не перенося его при этом полностью на фильтр. Осадок вместе с фильтром переносят в стакан, в котором производилось осаждение, приливают 30 мл раствора соляной кислоты, разбавляют до 150 мл горячей водой, размешивая фильтр в кашицеобразную массу, прибавляют 1—2 капли метилового красного, вторично осаждают гидроокиси раствором аммиака, фильтруют через неплотный беззольный фильтр и промывают осадок горячим раствором азотнокислого аммония до исчезновения реакции на ион хлора (проба раствором азотнокислого серебра, подкисленного 2—3 каплями азотной кислоты).

Объединенные фильтраты с промывными водами выпаривают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 мл и сохраняют для определения содержания кальция и магния.

Примечание. При необходимости определения суммы полуторных окислов осадок гидроокисей помещают в платиновый тигель, озоляют, прокаливают при температуре 1100—1200° С и взвешивают.

Содержание суммы окисей алюминия, железа и двуокиси титана ($R_2O_3+TiO_2$) в процентах вычисляют по формуле

$$R_2O_3+TiO_2=\frac{G_1\cdot 100}{G},$$

где G_1 — разность в массе тигля с осадком и пустого тигля в г;

G — сухая навеска цемента в г.

2.6.3. *Проведение анализа (с раствором уротропина)*

Фильтрат после отделения кремнекислоты (для высокоглиноземистого цемента используют раствор, приготовленный по п. 2.6.2), нагревают до кипения, добавляют 10—12 капель азотной кислоты, слабо кипятят раствор еще 1—2 мин, после чего нейтрализуют раствором аммиака до покраснения бумажки конго (или до появления слабой мути, которую растворяют несколькими каплями соляной кислоты 1 : 4), добавляют несколько капель раствора соляной кислоты до перехода цвета бумажки конго в сиреневый. Затем приливают 25—30 мл раствора уротропина, выдерживают стакан с раствором в течение 10 мин при температуре около 80° С, избегая его кипения, и фильтруют через неплотный беззольный фильтр. Осадок промывают горячим раствором азотнокислого аммония до исчезновения реакции на ион хлора (проба раствором азотнокислого серебра, подкисленного 2—3 каплями азотной кислоты). Фильтрат с промывными водами переводят в мерную колбу вместимостью 250 мл и сохраняют для определения окисей кальция и магния.

2.7. Определение содержания окисей кальция и магния трилонометрическим методом

2.7.1. *Применяемые растворы и реактивы*

Трилон Б по ГОСТ 10652—73, 0,05 м. раствор; готовят следующим образом: 18,6 г трилона Б растворяют в 1 л воды и хорошо перемешивают. Если раствор получился мутным, его фильтруют. Титр раствора устанавливают по кальцию углекислому по ГОСТ 4530—76 с проверенным содержанием CaO или по стандартному образцу известняка 59в. 5 г углекислого кальция или стандартного образца 59в растворяют в 30—40 мл соляной кислоты 1 : 3 при нагревании, раствор кипятят 3—5 мин для удаления углекислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1 л, охлаждают, разбавляют водой до метки и хорошо перемешивают. Для установки титра раствора трилона Б спускают из бюретки по 20 мл приготовленного раствора хлористого кальция в три конические колбы вместимостью 250 мл, разбавляют водой до 80—100 мл, приливают из бюретки 10—15 мл устанавливаемого раствора трилона Б, 15 мл раствора гидрата окиси калия (или гидрата окиси натрия), добавляют на кончике шпателя индикатора мурексида, после чего дотитровывают трилоном Б до перехода малиновой окраски раствора в устойчивую фиолетовую. При титровании с индикатором флуоресконом в колбы с анализируемыми растворами вводят такой же избыток раствора трилона Б, добавляют 4—5 капель бромкрезолового пурпурового, 15 мл раствора гидрата окиси калия, на кончике шпателя индикатора флуоресконса, после чего продолжают титрование раствором трилона Б до перехода флуоресцирующей малиново-зеленой окраски в устойчивую малиновую. Титрование в этом случае проводят на темном фоне.

Титр раствора трилона Б, выраженный в граммах CaO (T_{CaO}) вычисляют по среднему арифметическому результату трех титрований по формуле

$$T_{CaO} = \frac{20 \cdot 5 \cdot CaO}{V \cdot 100 \cdot 1000},$$

где CaO — содержание окиси кальция в стандартном образце 59в или углекислом кальции в %;

V — объем 0,05 м. раствора трилона Б, пошедший на титрование, в мл.

Титр раствора трилона Б по MgO устанавливают по сернокислому магнию. Спускают из бюретки 20 мл 0,1 н титрованного раствора сернокислого магния, приготовленного из фиксанала, в три конические колбы вместимостью 250—300 мл. Разбавляют растворы до 100 мл водой, нагревают до 60—70° С, приливают по 15 мл аммиачного буферного раствора и 5—7 капель индикатора

кислотного хром темно-синего или вводят на кончике шпателя сухую смесь индикатора хромогена черного ЕТ-00 (0,04—0,05 г) и титруют 0,05 м. раствором трилона Б при интенсивном помешивании до перехода красной окраски соответственно в устойчивую сине-сиреневую или в синюю с зеленоватым оттенком.

Титр 0,05 м. раствора трилона Б, выраженный в граммах MgO (T_{MgO}), вычисляют по среднему арифметическому результату трех титрований по формуле

$$T_{MgO} = \frac{2 \cdot 0{,}002016}{V},$$

где V — объем 0,05 м. раствора трилона Б, пошедший на титрование 20 мл 0,1 н. раствора сернокислого магния, в мл;

0,002016 — количество окиси магния, соответствующее 1 мл точно 0,05 м. раствора трилона Б, в г.

Калия гидрат окиси или натрия гидрат окиси по ГОСТ 4328—77, 20%-ные растворы.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор 1 : 3.

Мурексид (индикатор), сухая смесь; готовят следующим образом: 1 г мурексида хорошо перемешивают с 99 г высушенного хлористого натрия безводного по ГОСТ 4233—77 или хлористого калия по ГОСТ 4234—77, помещают в банку с притертой крышкой и хранят в темном месте.

Флуорексон (индикатор), сухая смесь; готовят следующим образом: хорошо перемешивают 1 г флуорексона и 0,25 г тимолфталеина с 25 г азотнокислого калия по ГОСТ 4217—77 и сохраняют в банке с крышкой.

Бром крезоловый пурпуровый, 0,1%-ный спиртовой раствор.

Маскирующий реагент, 5%-ный водный раствор триэтаноламина, содержащий 0,5% натрия фтористого по ГОСТ 4463—76.

Аммиачный буферный раствор; готовят следующим образом: растворяют 70 г аммония хлористого по ГОСТ 3773—72 в 200 мл воды, фильтруют, прибавляют 570 мл 25%-ного раствора аммиака по ГОСТ 3760—79, доводят до 1 л водой и хорошо перемешивают; pH этого раствора соответствует примерно 10.

Кислотный хром темно-синий (индикатор), 0,5%-ный водный раствор.

Сухая смесь индикатора хромогена черного специального ЕТ-00; готовят следующим образом: перемешивают путем растирания 1 г индикатора с 99 г безводного натрия хлористого по ГОСТ 4233—77 или калия хлористого по ГОСТ 4234—77 и сохраняют в банке с крышкой.

Плавень — приготовление по п. 2.6.1.

2.7.2. *Проведение анализа по определению содержания окиси кальция (после отделения окисей алюминия, железа и двуокиси титана)*

Из мерной колбы вместимостью 250 мл после отделения гидроокисей отбирают пипеткой 50 мл раствора (для высокоглиноземистого — 100 мл), переносят его в коническую колбу вместимостью 250 мл, предварительно добавляют 10—12 мл раствора трилона Б (во избежание выпадения гидрата окиси кальция в щелочном растворе), 20—25 мл раствора гидрата окиси калия (или гидрата окиси натрия), на кончике шпателя индикатора мурексида, после чего дотитровывают раствором трилона Б до перехода малинового окрашивания раствора в устойчивое фиолетовое. Титрование с индикатором флуорексоном производят так, как это изложено при установке титра раствора трилона Б.

2.7.3. *Подсчет результатов анализа*

Содержание окиси кальция (CaO) в процентах вычисляют по формуле

$$CaO = \frac{V \cdot T_{CaO} \cdot K \cdot 100}{G},$$

где V — объем 0,05 м. раствора трилона Б, пошедший на титрование, в мл;

T_{CaO} — титр 0,05 м. раствора трилона Б, выраженный в граммах CaO;

G — сухая навеска цемента в г;

K — коэффициент, учитывающий определение CaO в аликвотной части раствора.

2.7.4. *Проведение анализа по определению содержания окиси кальция (без отделения окисей алюминия, железа и двуокиси титана)*

Навеску 0,1 г цемента (для высокоглиноземистого — 0,2 г) сплавляют с 1 г плавня. Плав выщелачивают при нагревании и перемешивании в 40 мл раствора соляной кислоты; после полного растворения содержимое стакана количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 мл. К полученному раствору добавляют 5—7 мл маскирующего реагента для устранения мешающего влияния полуторных окислов, 10—12 мл раствора трилона Б, 20—25 мл раствора гидрата окиси калия (или гидрата окиси натрия), на кончике шпателя индикатора мурексида, после чего дотитровывают раствором трилона Б до перехода малинового окрашивания раствора в устойчивое фиолетовое.

Титрование с индикатором флуорексоном производят так, как это изложено при установке титра раствора трилона Б.

Расчет содержания окиси кальция производят по формуле, приведенной в п. 2.7.3.

Отклонения в результатах параллельных определений окиси кальция не должны превышать ±0,30%.

2.7.5. *Определение содержания окиси магния*

Из мерной колбы вместимостью 250 мл после отделения гидроокисей отбирают пипеткой 50 мл раствора (для высокоглиноземистого 100 мл), переносят его в коническую колбу вместимостью 250 мл, разбавляют водой до 100 мл, добавляют 15 мл буферного раствора, 7—8 капель индикатора кислотного хром темно-синего или на кончике шпателя хромогена черного ЕТ-00 и титруют сумму кальция и магния 0,05 м. раствором трилона Б до перехода красного окрашивания раствора соответственно в устойчивое сине-сиреневое или в синее с зеленоватым оттенком.

2.7.6. *Подсчет результатов анализа*

Содержание окиси магния (MgO) в процентах вычисляют по формуле

$$MgO = \frac{(V_1 - V)\, T_{MgO} \cdot K \cdot 100}{G},$$

где V_1 — объем 0,05 м. раствора трилона Б, пошедший на титрование суммы CaO+MgO, в мл;

V — объем 0,05 м. раствора трилона Б, пошедший на титрование CaO, в мл;

T_{MgO} — титр 0,05 м. раствора трилона Б, выраженный в граммах MgO.

Остальные обозначения такие же, как при определении CaO.

Примечание. Содержание окиси магния может быть также определено в растворе после титрования кальция. Для этого к оттитрованному раствору добавляют соляной кислоты до посинения бумажки конго, для разрушения мурексида и растворения выпавшей гидроокиси магния. Затем приливают 15—20 мл аммиачного буферного раствора, один из индикаторов и титруют магний трилоном Б аналогично вышеизложенному.

Содержание окиси магния (MgO) в процентах вычисляют по формуле

$$MgO = \frac{V \cdot T_{MgO} \cdot K \cdot 100}{G},$$

где V — объем 0,05 м. раствора трилона Б, пошедший на титрование, в мл.

Остальные обозначения приведены выше.

2.8. Определение содержания окиси алюминия и закиси железа трилонометрическим методом

2.8.1. *Применяемые растворы и реактивы*

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 10%-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 плотностью 1,19 и раствор 1:3.

Плавень готовят по п. 2.6.1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 плотностью 1,4.

Сульфосалициловый индикатор; готовят следующим образом: 10 г сульфосалициловой кислоты по ГОСТ 4478—78 растворяют в 50 мл воды, нейтрализуют 10%-ным раствором щелочи до изменения окраски бумажки конго из синей в сиреневую и разбавляют водой до 100 мл.

Ацетатный буферный раствор; готовят следующим образом: 500 г уксуснокислого аммония по ГОСТ 3117—78 растворяют в 300—400 мл воды, отфильтровывают, добавляют 60 мл ледяной или 70 мл 80%-ной уксусной кислоты по ГОСТ 61—75 и хорошо перемешивают; pH этого раствора соответствует примерно 5.

Титрованный раствор соли трехвалентного железа; готовят следующим образом: растворяют 13,5 г хлорного железа по ГОСТ 4147—74 в 300 мл воды. Раствор отфильтровывают, подкисляют 8—10 мл соляной кислоты, разбавляют водой до 1 л и хорошо перемешивают. Титр этого раствора устанавливают гравиметрическим методом в параллельных пробах осаждением 10%-ным раствором аммиака из 25 мл раствора в виде гидроокиси с последующим прокаливанием осадка. Вместо хлорного железа можно использовать железоаммонийные квасцы по ГОСТ 4205—77. В этом случае 24,1 г $FeNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ растворяют аналогичным образом.

Титр раствора хлорного железа (a), выраженный в граммах FeO, вычисляют по формуле

$$a = \frac{G}{25} \cdot 0{,}891,$$

где G — масса прокаленного осадка Fe_2O_3 в г;

0,891 — коэффициент пересчета окиси железа на закись.

Титрованный раствор соли алюминия готовят следующим образом: растворяют около 16 г алюмокалиевых квасцов $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ по ГОСТ 4329—77 в 300 мл воды. Раствор отфильтровывают, добавляют 9 мл соляной кислоты, доводят водой до 1 л и хорошо перемешивают. Титр этого раствора устанавливают также гравиметрическим методом в параллельных пробах после двукратного осаждения гидроокиси алюминия аммиаком по метиловому красному из 20 мл раствора и последующего прокаливания осадка при температуре не ниже 1100° С.

Титр раствора алюмокалиевых квасцов ($б$), выраженный в граммах Al_2O_3, вычисляют по формуле

$$б = \frac{G}{20},$$

где G — масса прокаленного осадка Al_2O_3 в г.

Трилон Б по ГОСТ 10652—73, 0,05 м. раствор; готовят по п. 2.7.1 настоящего стандарта.

Титр этого раствора, выраженный в граммах FeO, устанавливают по раствору хлорного железа. Спускают из бюретки 20 мл раствора хлорного железа в коническую колбу вместимостью 250 мл, разбавляют водой до 100 мл, нагревают до 50° С, добавляют 6—7 капель сульфосалицилового индикатора и титруют раствором трилоном Б до исчезновения фиолетового окрашивания сульфосалицилата железа. Титрование повторяют не менее трех раз.

Титр раствора трилона Б (T_{FeO}), выраженный в граммах FeO, вычисляют по среднему результату по формуле

$$T_{FeO} = \frac{20 \cdot a}{V},$$

где a — титр раствора хлорного железа, выраженный в граммах FeO;

V — объем 0,05 м. раствора трилона Б, пошедший на титрование, в мл.

Устанавливают соотношение между концентрациями растворов трилона Б и хлорного железа. Для этого спускают из бюретки в три конические колбы вместимостью 250 мл по 10 мл 0,05 м. раствора трилона Б, разбавляют водой до 100 мл, приливают 10 мл ацетатного буферного раствора, 6—7 капель сульфосалицилового индикатора и титруют раствором хлорного железа до появления золотисто-оранжевого окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

Коэффициент, выражающий соотношение между концентрациями растворов трилона Б и хлорного железа, (K) вычисляют как среднее из трех определений по формуле

$$K = \frac{10}{V},$$

где V — объем раствора хлорного железа, пошедший на титрование 10 мл 0,05 м. раствора трилона Б, в мл.

Для установки титра 0,05 м. раствора трилона Б, выраженного в граммах Al_2O_3, спускают из бюретки 20 мл титрованного раствора алюмокалиевых квасцов в коническую колбу вместимостью 250 мл. Разбавляют раствор до 100 мл, нейтрализуют раствором аммиака до красного окрашивания бумажки конго красной, затем добавляют по каплям раствор соляной кислоты до изменения окрашивания бумажки конго в сиреневый цвет и еще 8—10 капель избытка той же кислоты. К полученному раствору добавляют из бюретки 25 мл 0,05 м. раствора трилона Б, нагревают до кипения, приливают 7—8 мл ацетатного буферного рас-

твора, 6—7 капель сульфосалицилового индикатора, охлаждают до комнатной температуры и титруют раствором хлорного железа до появления золотисто-оранжевого окрашивания, устойчивого в течение 1 мин. Титрование повторяют не менее трех раз. Титр раствора трилона Б ($T_{Al_2O_3}$), выраженный в граммах Al_2O_3, вычисляют по среднему результату из трех титрований по формуле

$$T_{Al_2O_3} = \frac{20 \cdot б}{25 - V \cdot K},$$

где V — объем раствора хлорного железа, пошедший на титрование, в мл;

$б$ — титр раствора алюмокалиевых квасцов, выраженный в граммах окиси алюминия;

K — коэффициент, выражающий соотношение между концентрациями растворов трилона Б и хлорного железа.

2.8.2. *Проведение анализа по определению содержания закиси железа в глиноземистом и гипсоглиноземистом цементах*

Навеску 0,2 г цемента помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, приливают 20—25 мл раствора соляной кислоты и нагревают на плитке до полного разложения цемента, избегая сильного кипения раствора. Добавляют 8—10 капель азотной кислоты, слабо кипятят еще 1—2 мин и разбавляют раствор водой до 100—120 мл. Содержимое колбы нейтрализуют раствором аммиака до красного окрашивания бумажки конго, затем добавляют раствора соляной кислоты до перехода бумажки конго в сиреневый цвет, после чего добавляют еще 8—10 капель той же кислоты и титруют горячий раствор (около 50° С) трилоном Б в присутствии 6—7 капель сульфосалицилата натрия до исчезновения фиолетового окрашивания раствора.

Раствор сохраняют для определения окиси алюминия.

2.8.3. *Подсчет результатов анализа*

Содержание закиси железа (FeO) в процентах вычисляют по формуле

$$FeO = \frac{V \cdot T_{FeO} \cdot 100}{G},$$

где V — объем 0,05 м. раствора трилона Б, пошедший на титрование, в мл;

T_{FeO} — титр 0,05 м. раствора трилона Б, выраженный в граммах FeO;

G — сухая навеска цемента в г.

2.8.4. *Определение содержания окиси алюминия в глиноземистом и гипсоглиноземистом цементах*

К оттитрованному по п. 2.8.2 раствору прибавляют такое количество трилона Б, чтобы его хватило на полное связывание пред-

полагаемого количества окиси алюминия в комплекс и остался еще избыток около 10 мл. Количество добавляемого раствора трилона Б (C) в миллилитрах вычисляют по формуле

$$C = \frac{G \cdot Al_2O_3}{T_{Al_2O_3} \cdot 100} + 10,$$

где C — сухая навеска цемента в г;

Al_2O_3 — предполагаемое содержание окиси алюминия в цементе в %;

$T_{Al_2O_3}$ — титр 0,05 м. раствора трилона Б, выраженный в граммах Al_2O_3.

После добавления трилона Б раствор нагревают до кипения, приливают 10—12 мл ацетатного буферного раствора, охлаждают до комнатной температуры и титруют раствором хлорного железа до появления золотисто-оранжевого окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

2.8.5. *Подсчет результатов анализа*

Содержание окиси алюминия (Al_2O_3) в процентах вычисляют по формуле

$$Al_2O_3 = \frac{(C - V \cdot K) \cdot T_{Al_2O_3} \cdot 100}{G}.$$

где C — объем добавленного раствора трилона Б в мл;

V — объем раствора хлорного железа, пошедший на обратное титрование, в мл;

K — коэффициент, выражающий соотношение между концентрациями растворов трилона Б и хлорного железа;

$T_{Al_2O_3}$ — титр 0,05 м. раствора трилона Б, выраженный в граммах Al_2O_3;

G — сухая навеска цемента в г.

Отклонения в результатах параллельных определений окиси алюминия не должны превышать ±0,30%.

2.8.6. *Определение содержания окиси алюминия в высокоглиноземистом цементе*

Навеску 0,1 г цемента сплавляют с 1 г плавня. Плав выщелачивают при нагревании и перемешивании в 40 мл раствора соляной кислоты; после полного растворения содержимое стакана количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 мл, добавляют 2—3 капли азотной кислоты и слабо кипятят 1—2 мин. Содержимое колбы объемом около 100—120 мл нейтрализуют раствором аммиака до красного окрашивания бумажки конго, затем добавляют раствор соляной кислоты до перехода окрашивания бумажки конго в сиреневый цвет.

После этого добавляют 8—10 капель этой же кислоты, 6—7 капель сульфосалицилата натрия, прибавляют такое количество трилона Б, чтобы его хватило на полное связывание предполагаемого содержания алюминия в комплекс с избытком около 10 мл, количество которого рассчитывают по формуле, приведенной в п. 2.8.4. Затем раствор нагревают до кипения, приливают 10—12 мл ацетатного буферного раствора, охлаждают до комнатной температуры и титруют раствором хлорного железа до появления золотисто-оранжевого окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

Содержание окиси алюминия в процентах вычисляют по формуле, приведенной в п. 2.8.5.

Отклонения в результатах параллельных определений окиси алюминия не должны превышать $\pm 0{,}40\%$.

Примечание. Для получения данных анализа повышенной точности в результат трилонометрического определения окиси алюминия необходимо ввести поправку на содержание окиси железа, определенное по п. 3.2.

2.9. Определение содержания сульфидной серы в глиноземистом и гипсоглиноземистом цементах

2.9.1. *Применяемые растворы и реактивы*

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 плотностью 1,19 и раствор 1 : 1.

Натрий серноватистокислый по СТ СЭВ 223—75, 0,5 н. титрованный раствор.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.

Крахмал растворимый (амилодекстрин) по ГОСТ 10163—76, раствор; готовят следующим образом: 1 г крахмала размешивают с 2—3 мл воды и медленно вливают полученную кашицу в 100 мл кипящей смеси, состоящей из 50 мл глицерина по ГОСТ 6259—75 и 50 мл воды, и кипятят 2—3 мин. Раствор можно применять в течение нескольких месяцев.

Йод металлический по ГОСТ 4159—79, 0,05 н. раствор.

Устанавливают соотношение между концентрациями растворов йода и серноватистокислого натрия. Для этого в коническую колбу вместимостью 250 мл наливают 100 мл воды, прибавляют 1 г йодистого калия, приливают из бюретки 20 мл раствора йода и титруют 0,05 н. раствором серноватистокислого натрия до светло-желтого окрашивания. Затем прибавляют 2—3 мл крахмала и продолжают титрование до обесцвечивания раствора. Титрование повторяют не менее трех раз и вычисляют среднюю величину объема V_1.

2.9.2. *Проведение анализа*

0,5 г цемента вносят в коническую колбу вместимостью 250 мл, приливают 20 мл 0,05 н. раствора йода. Если ожидаемое коли-

чество серы больше 2%, берут 25—30 мл раствора йода. Быстро приливают 30 мл раствора соляной кислоты, тотчас же плотно закрывают колбу каучуковой пробкой и встряхивают содержимое колбы в течение 3 мин. После этого разбавляют раствор до 100 мл холодной дистиллированной водой и титруют раствором серноватистокислого натрия.

2.9.3. *Подсчет результатов анализа*

Содержание сульфидной серы (S) в процентах вычисляют по формуле

$$S = \frac{(V_1 - V) \cdot 0{,}0008 \cdot K \cdot 100}{G},$$

где V_1 — объем раствора серноватистокислого натрия, пошедший на титрование 20 мл раствора йода, в мл;

V — объем раствора серноватистокислого натрия, пошедший на титрование после поглощения сульфидной серы, в мл;

K — поправка к титру точно 0,05 н. раствора серноватистокислого натрия;

G — сухая навеска цемента в г;

0,0008 — количество сульфидной серы, соответствующее 1 мл точно 0,05 н. раствора серноватистокислого натрия, в г.

Примечание. При наличии в цементе сульфидной серы в количестве более 0,5% при суммировании результатов анализа необходимо из суммы вычесть количество кислорода, эквивалентное содержанию сульфидной серы S в процентах, которое соответствует S/2.

Отклонения в результатах параллельных определений сульфидной серы не должны превышать ±0,05%.

2.10. Определение содержания серного ангидрида в гипсоглиноземистом и высокоглиноземистом цементах

2.10.1. *Применяемые растворы и реактивы*

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 плотностью 1,19 и растворы 1 : 3 и 1 : 9.

Плавень, готовят по п. 2.6.1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 10%-ный раствор.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, 10%-ный раствор.

Аммоний углекислый по ГОСТ 3770—75, 10%-ный раствор.

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

Метиловый красный по ГОСТ 5853—51, 0,2%-ный спиртовой раствор.

2.10.2. *Проведение анализа (гипсоглиноземистый цемент)*

0,25 г цемента обрабатывают 75 мл раствора соляной кислоты (1 : 9) в стакане вместимостью 300 мл. Содержимое стакана кипятят на плитке 3—5 мин до полного расложения цемента, добавляют 3—4 капли метилового красного, раствор аммиака до пожелтения раствора, 20 мл углекислого аммония (для осажде-

ния гидроокисей и карбоната кальция) и еще 10 мл раствора аммиака. Стакан помещают на несколько минут в теплое место (до просветления жидкости над осадком), после чего фильтруют через двойной плотный фильтр, промывают горячей водой до исчезновения реакции на ион хлора (проба раствором азотнокислого серебра, подкисленного 2—3 каплями азотной кислоты). Осадок отбрасывают, фильтрат объемом 250—300 мл подкисляют соляной кислотой (осторожно, под часовым стеклом) до появления розового окрашивания и нагревают до полного прекращения выделения пузырьков углекислоты. После этого прибавляют еще 2 мл соляной кислоты, нагревают раствор до кипения и осаждают серный ангидрид кипящим раствором хлористого бария (10 мл 10%-ного раствора хлористого бария плюс 15 мл воды).

Раствор кипятят на плитке в течение 5 мин при постоянном помешивании, оставляют в покое до просветления жидкости над осадком, затем фильтруют через двойной плотный фильтр и промывают горячей водой до исчезновения реакции на ион хлора. Осадок вместе с фильтром переносят в предварительно прокаленный и взвешенный фарфоровый тигель, слегка подсушивают на плитке, озоляют и прокаливают в муфельной печи в течение 20—30 мин при температуре 800—850° С. Тигель охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют до получения постоянной массы.

2.10.3. *Подсчет результатов анализа*

Содержание серного ангидрида (SO_3) в процентах вычисляют по формуле

$$SO_3 = \frac{G_1 \cdot 0{,}343 \cdot 100}{G},$$

где G_1 — масса прокаленного осадка $BaSO_4$ в г;

G — сухая навеска цемента в г;

0,343 — коэффициент пересчета сернокислого бария на серный ангидрид.

2.10.4. *Проведение анализа (высокоглиноземистый цемент)*

Навеску цемента 1 г сплавляют с 3 г плавня при температуре 950—1000° С в течение 5—7 мин. Плав выщелачивают в 50—60 мл раствора соляной кислоты при нагревании, разбавляют водой до 200—250 мл и нейтрализуют раствором аммиака до появления легкой мути, которую растворяют несколькими каплями соляной кислоты. К прозрачному раствору прибавляют еще 2 мл соляной кислоты, нагревают раствор до кипения и осаждают серный ангидрид кипящим раствором хлористого бария (5 мл 10%-ного раствора хлористого бария плюс 10 мл воды). Раствор кипятят на плитке в течение 5 мин при постоянном помешивании, оставляют

в покое до просветления жидкости над осадком, затем фильтруют через двойной плотный фильтр, промывают горячей водой до исчезновения реакции на ион хлора; все остальные операции выполняют, как это изложено в пп. 2.10.2 и 2.10.3.

Примечание. В результате анализа необходимо вводить поправку на загрязнение реактивов, воды и на зольность фильтров, величину которой находят контрольным (холостым) определением.

Отклонения в результатах параллельных определений сульфатной серы не должны превышать +0,02%.

2.11. Определение содержания серного ангидрида в гипсоглиноземистом цементе катионитовым методом

2.11.1. *Применяемые аппаратура, растворы и реактивы*

Ионообменная колонка с катионитовой смолой в водородной форме (см. чертеж).

Катионитовая смола по ГОСТ 20298—74 КУ-1, СБС, СБСР, КУ-2, СДВ и др. в водородной форме; готовят следующим образом: катионитовую смолу (катионит) после 6—8 ч замачивания в воде помещают в воронку, в нижней части которой находится стеклянная вата. Промывают катионит 3—4 раза раствором соляной кислоты для насыщения его водородными ионами, после чего промывают дистиллированной водой до исчезновения кислой реакции промывных вод (проба индикатором метиловым оранжевым). Хранят влажный катионит в Н-форме в банке с пробкой. Ионообменную колонку заполняют катионитовой смолой в Н-форме, отмытой от свободной кислоты. Смолу переносят в колонку небольшими порциями вместе с водой. В нижней части колонки помещают стеклянную вату, поверх нее смолу, а над ней— стеклянные бусинки или вату, которые не дают смоле взмучиваться при наливании растворов. Нужно следить за тем, чтобы зерна катионита ложились плотно друг к другу. Пузырьки и прослойки воздуха уменьшают обменную емкость катионита. Колонку заполняют катионитом на 0,5 см ниже уровня выходного отверстия боковой трубки. После 4—6 определений или по окончании рабочего дня катионит регенерируют раствором соляной кислоты и 2—3 раза промывают водой. Перед началом нового определения после регенерации катионита необходимо снова промыть колонку до отрицательной реакции на кислоту.

Для выяснения возможности продолжения использования колонки без регенерации катионита проверяют оттитрованный фильтрат на присутствие ионов кальция. Для этого к раствору после определения содержания серного ангидрида добавляют 5—6 мл щавелевокислого аммония или щавелевой кислоты и раствора аммиака до нейтральной реакции и нагревают. Если раствор

остается прозрачным, колонкой можно продолжать пользоваться. Помутнение растворов указывает на необходимость немедленной регенерации колонки и повторения предыдущего анализа.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75, 5%-ный раствор.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180—76, 10%-ный раствор или аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712—78, 4%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 10%-ный раствор.

Натрия гидрат окиси по ГОСТ 4328—77, 0,1 н, титрованный раствор.

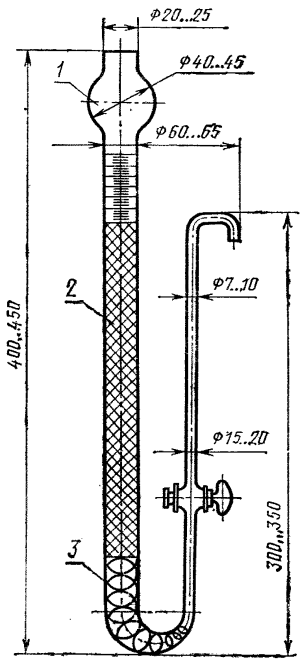
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 плотностью 1,19 и раствор 1 : 3.

Метиловый оранжевый по ГОСТ 10816—64, 0,1%-ный раствор.

2.11.2. *Проведение анализа*

Навеску 0,25 г гипсоглиноземистого цемента помещают в сухой стакан вместимостью 150 мл и обрабатывают 25 мл раствора борной кислоты при непрерывном перемешивании в течение 10 мин.

При наличии в цементе малорастворимых форм сульфата кальция навеску 0,25 г цемента смешивают с 3 г катионита в водородной форме, обрабатывают 25 мл воды при непрерывном перемешивании в течение 10 мин. Раствору, полученному по первому или второму способу, дают отстояться до просветления и фильтруют через неплотный фильтр. Нерастворимый остаток промывают раствором борной кислоты 3—4 раза декантацией и 4—5 раз на фильтре. Через отмытую колонку пропускают основной раствор и промывают небольшими порциями по мере поступления фильтрата в подставленный стаканчик со скоростью около 4 мл/мин. После этого катионит промывают 2—3 раза водой. Фильтрат с промывными водами собирают в коническую колбу, вместимостью 250 мл. Общий объем раствора после пропускания через колонку составляет около 130 мл. Полученный после катионирования раствор титруют 0,1 н. раствором едкого натра по метиловому оранжевому.



1 — анализируемый раствор; *2* — катионитовая смола; *3* — стеклянная вата

2.11.3. *Подсчет результатов анализа*

Содержание серного ангидрида (SO_3) в процентах вычисляют по формуле

$$SO_3 = \frac{V \cdot 0{,}004 \cdot K \cdot 100}{G},$$

где V — объем 0,1 н. раствора щелочи, пошедший на титрование серной кислоты, в мл;

K — поправка к титру 0,1 н. раствора щелочи;

G — сухая навеска цемента в г;

0,004 — количество серного ангидрида, соответствующее 1 мл точно 0,1 н. раствора щелочи, в г.

Примечания:

1. Результаты определения серного ангидрида катионитовым методом должны регулярно проверяться гравиметрическим методом по п. 2.10.
2. В случае отсутствия колонки разрешается применять обычную бюретку на 50 мл. При этом необходимо следить за тем, чтобы уровень жидкости в бюретке всегда был выше слоя катионитовой смолы.
3. Для регенерации катионита, смешанного с цементом, его отмывают от цемента водой на сите 0,2 мм и снова переводят в водородную форму с помощью раствора соляной кислоты.

3. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Определение содержания двуокиси кремния

3.1.1. *Применяемые аппаратура, растворы и реактивы*

Фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 плотностью 1,19 и раствор ее 1 : 3.

Раствор восстановителя *1*; готовят следующим образом: 1 г аскорбиновой кислоты и 5 г лимонной кислоты по ГОСТ 3652—69 растворяют в 50 мл воды, отфильтровывают и разбавляют водой до 100 мл.

Раствор восстановителя *2*; готовят следующим образом: 0,8 г сернистокислого натрия по ГОСТ 195—77 растворяют в 10 мл воды, прибавляют 0,16 г эйконогена (эхт-кислота), фильтруют через мацерированную массу. К полученному фильтрату добавляют 50 мл 20%-ного раствора натрия пиросернистокислого (метабисульфит) по ГОСТ 10575—76, также профильтрованного через мацерированную массу, доводят до 100 мл водой и хорошо перемешивают. Раствор можно применять в течение месяца.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, 5%-ный водный раствор.

Стандартный раствор; готовят на основе образца глиноземистого цемента, химический состав которого определен несколь-

кими аналитиками в разных лабораториях по действующему стандарту. Этот образец в дальнейшем именуется стандартным.

Навеску 0,1 г стандартного образца (для высокоглиноземистого цемента — 0,05 г) смешивают с 1 г плавня и сплавляют в платиновом тигле, закрытом крышкой, при температуре 1000° С в течение 3—5 мин. Охлажденный тигель помещают в стакан, содержащий 100 мл теплого раствора соляной кислоты, и выщелачивают плав при постоянном перемешивании до полного растворения. После растворения плава раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 мл, охлаждают, доводят до метки водой и хорошо перемешивают. Такой раствор можно использовать для построения или проверки градуировочных графиков для определения двуокиси кремния, закиси железа, окиси железа и двуокиси титана.

Из приготовленного таким образом стандартного раствора готовят серию эталонных растворов с различной концентрацией кремнекислоты, по которым строят градуировочный график.

Плавень; готовят по п. 2.6.1.

Построение градуировочного графика. В мерные колбы вместимостью 100 мл последовательно приливают 3; 5; 7 и 10 мл стандартного раствора, добавляют около 50 мл воды, 5 мл раствора молибдата аммония, перемешивают и дают стоять 10 мин для полного образования желтого кремнемолибденового комплекса. Затем добавляют 5 мл раствора восстановителя *1* или *2*, доводят водой до метки, хорошо перемешивают и дают стоять соответственно 15 или 10 мин до получения синего комплекса. После этого все четыре раствора колориметрируют в кюветах толщиной слоя 10 мм с красным светофильтром ($\lambda = 610 \div 656$ нм). Одну кювету наполняют эталонным раствором, две другие такого же размера — дистиллированной водой и определяют оптические плотности растворов в соответствии с инструкцией, приложенной к фотоколориметру.

По полученным результатам определения оптической плотности и известной концентрации эталонных растворов строят градуировочный график для данного размера кювет, откладывая по оси абсцисс концентрацию кремнекислоты в миллиграммах в 100 мл раствора, а по оси ординат — соответствующую оптическую плотность.

Градуировочный график можно строить, откладывая по оси абсцисс содержание SiO_2 в процентах, а по оси ординат — соответствующую оптическую плотность раствора. При этом аликвотную часть раствора в количестве 5 мл принимают за основную и концентрацию SiO_2 в ней приравнивают процентному содержанию SiO_2 в стандартном образце. В двух других аликвотных частях концентрацию SiO_2 соответственно рассчитывают.

На основе градуировочных графиков могут быть составлены расчетные таблицы, где каждому значению оптической плотности будет соответствовать определенная концентрация искомого окисла.

3.1.2. *Проведение анализа (глиноземистый и гипсоглиноземистый цементы)*

Навеску 0,1 г цемента сплавляют с 1 г плавня при температуре около 1000° С в течение 3—5 мин. По охлаждении тигля плав выщелачивают при непрерывном перемешивании 100 мл теплого раствора соляной кислоты, переносят прозрачный раствор в мерную колбу вместимостью 250 мл, охлаждают, доводят до метки водой и хорошо перемешивают. Полученный раствор служит для колориметрического определения двуокиси кремния, закиси железа, двуокиси титана и фототрилонометрического определения кальция.

Для определения двуокиси кремния отбирают 5 мл приготовленного раствора в мерную колбу вместимостью 100 мл, добавляют около 50 мл воды, 5 мл молибдата аммония и производят все дальнейшие операции, как указано при построении градуировочного графика. Затем находят по графику содержание двуокиси кремния в миллиграммах, вводя поправку на изменение условий колориметрирования по сравнению с условиями построения графика. Поправка вносится с обратным знаком, т. е. если оптическая плотность эталонного раствора увеличилась на 0,007, то эта величина отнимается от оптической плотности раствора цемента и наоборот. Затем определяют по графику содержание двуокиси кремния в миллиграммах с учетом введенной поправки.

3.1.3. *Подсчет результатов анализа*

Содержание двуокиси кремния (SiO_2) в процентах вычисляют по формуле

$$SiO_2 = \frac{G_1 \cdot V \cdot 100}{G \cdot V_1 \cdot 1000},$$

где G_1 — количество двуокиси кремния, найденное по графику, в мг;

V — общий объем раствора в мл;

V_1 — объем раствора, взятый для колориметрирования, в мл;

G — сухая навеска цемента в г.

3.1.4. *Проведение анализа (высокоглиноземистый цемент)*

Навеску 1 г цемента сплавляют с 3 г плавня при температуре около 1000° С в течение 5—7 мин. По охлаждении тигля плав выщелачивают при нагревании и непрерывном перемешивании 100 мл раствора соляной кислоты, переносят прозрачный раствор в мерную колбу вместимостью 250 мл, охлаждают, доводят до метки водой и хорошо перемешивают. Полученный раствор слу-

жит для колориметрического определения двуокиси кремния, окиси железа и трилонометрического определения окиси кальция.

Определение двуокиси кремния и расчет производят так, как это изложено в пп. 3.1.2 и 3.1.3.

Отклонения в результатах параллельных определений двуокиси кремния не должны превышать ±0,1%.

3.2. Определение содержания железа

3.2.1. *Применяемые аппаратура, растворы и реактивы*

Фотоэлектроколориметр.

Аммоний роданистый по СТ СЭВ 222—75, 25%-ный раствор, или калий роданистый по ГОСТ 4139—75, 30%-ный раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, 4 н. раствор; готовят следующим образом: 27 мл азотной кислоты плотностью 1,4 разбавляют водой до 1 л.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 1 н. раствор.

о-Фенантролин 0,25%-ный водный раствор солянокислого *о*-фенантролина или гидрата *о*-фенантролина в 0,1 н. растворе соляной кислоты.

Кислота аскорбиновая, 1%-ный водный раствор.

Натрий уксуснокислый 10%-ный раствор; готовят следующим образом: 100 г плавленого натрия уксуснокислого по ГОСТ 199—78 или 166 г трехводной соли растворяют в 300 мл воды, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 л, доводят до метки водой и хорошо перемешивают.

Построение градуировочного графика роданидным методом

Построение градуировочного графика: в мерные колбы вместимостью 100 мл последовательно приливают 10; 25 и 50 мл стандартного раствора, приготовленного по п. 3.1.1, добавляют по 10 мл раствора азотной кислоты и по 10 мл раствора роданида до метки водой, хорошо перемешивают и сразу же колориметрируют с синим светофильтром (λ=490÷535 нм) в кюветах размером 10—30 мм (в зависимости от интенсивности окрашивания раствора).

По полученным значениям оптической плотности и известной концентрации эталонных растворов строят градуировочный график для определенного размера кювет, откладывая по оси абсцисс содержание FeO (для высокоглиноземистого — в пересчете на Fe_2O_3) в миллиграммах в 100 мл раствора, а по оси ординат — соответствующую оптическую плотность раствора.

3.2.2. *Проведение анализа*

Отбирают пипеткой 25—50 мл анализируемого раствора, приготовленного по п. 3.1.2 или 3.1.4, переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, добавляют 10 мл раствора азотной кислоты, 10 мл роданида, доводят до метки водой, перемешивают и колориметрируют так же, как при построении графика.

3.2.3. *Подсчет результатов анализа*

Содержание закиси железа (FeO) в процентах вычисляют по формулам:

1) для глиноземистого и гипсоглиноземистого цементов:

$$Fe = \frac{G_1 \cdot V \cdot 100}{G \cdot V_1 \cdot 1000},$$

где G_1 — количество закиси железа, найденное по графику, в мг;

V — общий объем раствора в мл;

V_1 — объем раствора, взятый для колориметрирования, в мл;

G — сухая навеска цемента в г;

2) для высокоглиноземистого цемента:

$$Fe_2O_3 = \frac{G_1 \cdot V \cdot 100}{G \cdot V_1 \cdot 1000},$$

где G_1 — количество окиси железа, найденное по графику, в мг.

Значения остальных обозначений те же, что и в предыдущей формуле.

Построение градуировочного графика *о*-фенантролиновым методом

Построение градуировочного графика: в мерные колбы вместимостью 100 мл последовательно приливают 10; 25 и 50 мл стандартного раствора, приготовленного по п. 3.1.1, разбавляют водой примерно до 50 мл и во все колбы добавляют по 2 мл раствора аскорбиновой кислоты для восстановления железа до двухвалентного. Отдельно отбирают аликвотную часть раствора 10 мл для того, чтобы определить количество ацетата натрия, которое необходимо прибавить, чтобы pH колориметрируемого раствора привести к величине 3—4, которую устанавливают с помощью бумажки универсального индикатора. Это количество ацетата натрия затем добавляют к аликвотной части раствора 10 мл; к аликвотным частям растворов 25 и 50 мл добавляют соответственно ацетата натрия в 2,5 и 5 раз больше, чем к 10 мл. После этого во все колбы добавляют по 5 мл *о*-фенантролина, разбавляют до метки водой, хорошо перемешивают и через 5 мин колориметрируют в кюветах размером 10—30 мм с синим светофильтром ($\lambda = 490 \div 535$ нм).

По полученным результатам определения оптической плотности и известной концентрации эталонных растворов строят градуировочный график для кювет данного размера, откладывая по оси абсцисс содержание FeO (для высокоглиноземистого — Fe_2O_3) в миллиграммах на 100 мл раствора, а по оси ординат — соответствующую оптическую плотность раствора.

3.2.4. *Проведение анализа*

Отбирают пипеткой 25—50 мл анализируемого раствора, приготовленного по п. 3.1.2 или 3.1.4, переносят в мерную колбу

вместимостью 100 мл, разбавляют водой примерно до 50 мл, добавляют 2 мл раствора аскорбиновой кислоты, установленное количество ацетата натрия для получения величины pH раствора 3—4, добавляют 5 мл *о*-фенантролина и выполняют все дальнейшие операции, как это указано при построении графика.

Расчет содержания закиси и окиси железа производят по формулам, приведенным в п. 3.2.3.

3.3. Определение содержания двуокиси титана

3.3.1. *Применяемые аппаратура, растворы и реактивы*

Фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор 1 : 3.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 плотностью 1,84 и раствор 5 : 95.

Перекись водорода по ГОСТ 10929—76, 3%-ный раствор.

Плавень; готовят по п. 2.6.1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 10%-ный раствор.

Стандартный раствор соли четырехвалентного титана; готовят следующим образом: навеску 0,05 г химически чистой двуокиси титана сплавляют в платиновом тигле с 1 г плавня при температуре 950—1000° С в течение 3—5 мин и по охлаждении выщелачивают в растворе серной кислоты.

Прозрачный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 л, разбавляют до метки раствором серной кислоты 5 : 95 и хорошо перемешивают. 1 мл стандартного раствора содержит около 0,05 мг TiO_2.

Содержание двуокиси титана в 1 мл раствора в миллиграммах устанавливают гравиметрическим методом в параллельных пробах путем двукратного осаждения раствором аммиака из 100 мл приготовленного раствора, последующего прокаливания и взвешивания осадка.

Количество двуокиси титана в 1 мл раствора в миллиграммах — титр (TiO_2) вычисляют по формуле

$$TiO_2 = \frac{G \cdot 1000}{100},$$

где G — масса прокаленного осадка TiO_2 в г.

Диантипирилметан (ДАМ) 5%-ный раствор в 1 н. растворе соляной кислоты; готовят следующим образом: 50 г ДАМ растворяют в 300—400 мл 1 н раствора соляной кислоты, хорошо перемешивают и доводят до 1 л этой же кислотой.

Медь сернокислая безводная, 5%-ный раствор.

Кислота аскорбиновая, 0,2%-ный раствор.

Построение градуировочного графика перекисным методом

График строят по данным, полученным в результате колориметрирования серии эталонных растворов, приготовленных из стандартного раствора соли титана.

В четыре мерные колбы вместимостью 100 мл последовательно вливают 10; 20; 30 и 40 мл стандартного раствора соли титана с содержанием около 0,05 мг TiO_2 в 1 мл, добавляют примерно по 50 мл раствора серной кислоты и по 3 мл перекиси водорода, разбавляют до метки раствором серной кислоты, хорошо перемешивают и колориметрируют в кюветах размером 50 мм с синим светофильтром ($\lambda = 420 \div 453$ нм).

Методы колориметрирования и построение градуировочного графика аналогичны методам, приведенным в п. 3.1.

3.3.2. *Проведение анализа*

Навеску 0,1 г глиноземистого или гипсоглиноземистого цемента сплавляют с 1 г плавня при температуре 950—1000° С в течение 3—5 мин. После быстрого охлаждения плав выщелачивают в 30—40 мл теплого раствора серной кислоты. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 мл, охлаждают, доливают до метки раствором серной кислоты и хорошо перемешивают.

Отбирают пипеткой 25—50 мл раствора, переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, добавляют 3 мл перекиси водорода, доводят до метки раствором серной кислоты, хорошо перемешивают и колориметрируют, как это изложено при построении градуировочного графика.

3.3.3. *Подсчет результатов анализа*

Содержание двуокиси титана (TiO_2) в процентах вычисляют по формуле

$$TiO_2 = \frac{G_1 \cdot V \cdot 100}{G \cdot V_1 \cdot 1000},$$

где G_1 — количество двуокиси титана, найденное по градуировочному графику, в мг;

V — общий объем раствора в мл;

V_1 — объем раствора, взятый для колориметрирования, в мл;

G — сухая навеска цемента в г.

Построение градуировочного графика диантипирилметановым методом

Построение градуировочного графика: в три мерные колбы вместимостью 100 мл последовательно приливают 4 : 6 и 8 мл стандартного раствора соли титана, содержащего около 0,05 мг TiO_2 в 1 мл, добавляют по 10 мл раствора соляной кислоты, по две капли раствора сернокислой меди, по 10 мл аскорбиновой кислоты и по 5 мл ДАМ. Растворы доливают до метки водой, хорошо перемешивают, дают постоять 45 мин для получения золотисто-

желтого комплексного соединения, после чего колориметрируют в кювете 20 мм с синим светофильтром (λ=420÷453 нм).

По полученным результатам определения оптической плотности и известной концентрации строят градуировочный график для данного размера кювет.

3.3.4. *Проведение анализа*

Отбирают пипеткой 25—50 мл анализируемого раствора, полученного по п. 3.1.2 или 3.1.4, переносят его в мерную колбу вместимостью 100 мл, добавляют 2 капли раствора сернокислой меди, 10 мл аскорбиновой кислоты, 5 мл диантипирилметана, разбавляют водой до метки, перемешивают и через 45 мин колориметрируют в кюветах размером 20 мм, пользуясь синим светофильтром.

Расчет содержания двуокиси титана производят по формуле, приведенной для перекисного метода.

3.4. Определение содержания окиси кальция фототрилонометрическим методом

3.4.1. *Применяемые аппаратура, растворы и реактивы*

Фотоэлектрический титратор.

Натрия гидрат окиси по ГОСТ 4328—77 или калия гидрат окиси, 20%-ные растворы.

Маскирующий реагент; готовят по п. 2.7.1.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.

Кислотный хром темно-синий (индикатор) по ГОСТ 14091—78, 0,5%-ный водный раствор; готовят следующим образом: 0,5 г кислотного хрома темно-синего растворяют в 100 мл воды и фильтруют.

Трилон Б по ГОСТ 10652—73, 0,01 н. раствор; готовят следующим образом: около 3,6 г трилона Б растворяют в 1 мл воды и хорошо перемешивают. Если раствор получился мутным, его фильтруют. Титр раствора устанавливают по углекислому кальцию с проверенным содержанием окиси кальция или по стандартному образцу известняка 59в. 0,1 г углекислого кальция или стандартного образца 59в растворяют в 100 мл соляной кислоты 1 : 3 при нагревании, раствор кипятят 3—5 мин для удаления углекислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 250 мл, охлаждают, разбавляют водой до метки и хорошо перемешивают.

Для установки титра раствора трилона Б на титраторе отбирают пипеткой по 50 мл приготовленного раствора хлористого кальция в три стакана вместимостью по 150 мл, разбавляют водой до 80 мл, приливают из бюретки по 10—15 мл устанавливаемого раствора трилона Б, 15 мл раствора гидрата окиси калия, добавляют по 7 капель индикатора хрома темно-синего, опускают осторожно в стакан магнитный элемент, запаянный в стеклянную трубку, помещают стакан в гнездо прибора, включают прибор и мотор электромагнитной мешалки и выполняют

титрование в соответствии с инструкцией, приложенной к прибору.

Титр раствора трилона Б, выраженный в граммах CaO (T_{CaO}), вычисляют по среднему арифметическому результату трех титрований по формуле

$$T_{CaO} = \frac{50 \cdot 0{,}1 \cdot CaO}{V \cdot 250 \cdot 100},$$

где CaO — содержание CaO в углекислом кальции или стандартном образце 59в в %;

V — объем 0,01 м. раствора трилона Б, пошедший на титрование, в мл.

3.4.2. *Проведение анализа*

Из мерной колбы вместимостью 250 мл отбирают пипеткой 50 мл анализируемого раствора, полученного по п. 3.1.2 или 3.1.4, переносят его в стакан вместимостью 150 мл, добавляют 10 мл маскирующего реагента, 15 мл раствора щелочи, 7 капель индикатора хрома темно-синего, опускают осторожно в стакан магнитный элемент, помещают стакан в гнездо прибора, включают прибор и мотор мешалки, как при установке титра, и титруют 0,01 м. раствором трилона Б на титраторе по инструкции, приложенной к прибору.

3.4.3. *Подсчет результатов анализа*

Содержание окиси кальция (CaO) в процентах вычисляют по формуле

$$CaO = \frac{V \cdot T_{CaO} \cdot K \cdot 100}{G},$$

где V — объем 0,01 м. раствора трилона Б, пошедший на титрование, в мл;

T_{CaO} — титр 0,01 м. раствора трилона Б, выраженный в граммах CaO;

G — сухая навеска цемента в г;

K — коэффициент, учитывающий определение содержания CaO в аликвотной части фильтрата.

Примечание. Определение щелочей — по ГОСТ 5382—73.

СОДЕРЖАНИЕ

3. Методы испытаний материалов

ГОСТ 310.1—76 Цементы. Методы испытаний. Общие положения . . . 3
(СТ СЭВ 3920—82)
ГОСТ 310.2—76 Цементы. Методы определения тонкости помола . . 5
(СТ СЭВ 3920—82)
ГОСТ 310.3—76 Цементы. Методы определения нормальной густоты,
(СТ СЭВ 3920—82)
сроков схватывания и равномерности изменения объема 9
ГОСТ 310.4—81 Цементы. Методы определения предела прочности при
(СТ СЭВ 3920—82)
изгибе и сжатии 18
ГОСТ 310.5—80 Цементы. Методы определения теплоты гидратации . . 31
ГОСТ 5382—73 Цементы. Методы химического анализа 40
ГОСТ 5802—78 Растворы строительные. Методы испытаний 98
ГОСТ 8735—75 Песок для строительных работ. Методы испытаний . . 109
ГОСТ 8269—76 Щебень из естественного камня, гравий и щебень из гравия для строительных работ. Методы испытаний . . 138
ГОСТ 9552—76 Цементы. Глиноземистый, высокоглиноземистый и гипсоглиноземистый расширяющийся. Методы химического анализа 188
ГОСТ 9758—77 Заполнители пористые неорганические для бетона. Методы испытаний 217
ГОСТ 22236—76 Цементы. Правила приемки 264
ГОСТ 22237—76 Цементы. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение 266
ГОСТ 25094—82 Добавки активные минеральные. Методы испытаний . . 268
ГОСТ 25589—83 Щебень, гравий и песок для строительных работ. Методы определения содержания сернокислых и сернистых соединений 278

БЕТОН И ЖЕЛЕЗОБЕТОННЫЕ ИЗДЕЛИЯ

Часть 2

Редактор *Р. Г. Говердовская*
Технический редактор *Н. В. Келейникова*
Корректор *М. С. Кабашова*

Сдано в набор 29.06.84. Подп. к печати 14.03.85. Формат 60×90¹/₁₆. Бумага типографская № 2. Литературная гарнитура. Высокая печать. 18,0 усл. п. л. 18,13 усл. кр.-отт. 19,17 уч.-изд. л. Тираж 40000. Зак. 2106. Цена 1 р. 20 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва ГСП, Новопресненский пер., д. 3.
Великолукская городская типография управления издательств, полиграфии и книжной торговли Псковского облисполкома, 182100, г. Великие Луки, ул. Полиграфистов, 78/12

gost.e-ecolog.ru