Издание официальное

СССР — Всесоюзный комитет стандартов при Совнаркоме Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 844—41*
	МАГНЕЗИЯ ЖЖЕНАЯ ДЛЯ РЕЗИНОВЫХ СМЕСЕЙ	Группа Л13

I. КЛАССИФИКАЦИЯ

1. В зависимости от содержания допускаемых примесей жженую магнезию выпускают двух сортов: первого, второго.

II. ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

2. Внешний вид — аморфный порошок белого цвета.

3. При просеве через сито 1600 отверстий на 1 $см^2$ (100 меш) — остаток на сите должен быть для обоих сортов не более 0,1%.

(Измененная редакция — «Информ. указатель стандартов» № 11 1960 г.)

4. Химический состав в процентах.

Наименования показателей	*Первый сорт*	*Второй сорт*
а) Окись магния, не менее	89,0	89,0
б) Окись кальция, не более	1,25	1,25
в) Железо в пересчете на Fe_2O_3 не более	0,1	0,3
г) Не растворимый в соляной кислоте остаток, не более	0,2	0,25
д) Сульфаты в пересчете на SO_3, не более	0,4	0,7
е) Хлориды в пересчете на Cl', не более	0,035	0,08
ж) Марганец, не более	0,003	0,007
з) Потери при прокаливании, не более	8,5	8,5

Примечание. Поставка магнезии жженой с содержанием марганца более установленной нормы может производиться для других потребителей по техническим условиям, согласованным с ними.

Внесен Народным комиссариатом химической промышленности СССР	Утвержден Всесоюзным комитетом стандартов 11/VI 1941 г.	Срок введения 1/VIII 1941 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

III. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

5. Отбор проб производят от 10% мешков партии, но не менее чем из 5 мешков при малых партиях.

Пробы отбирают щупом, погружая его на $^2/_3$ глубины мешка. Пробы тщательно перемешивают и отбирают среднюю пробу весом не менее 200 *г*, которую помещают в две чистые сухие банки с притертыми стеклянными или плотно пригнанными корковыми пробками, залитыми парафином.

6. Банки опечатывают и на каждую наклеивают этикетку с обозначением: наименования завода-изготовителя, названия и сорта продукта, номера партии, даты и места отбора пробы и номера настоящего стандарта.

Одну банку передают в лабораторию завода-изготовителя для производства анализа, а другую хранят в течение одного месяца на случай арбитражного анализа.

Лаборатория для производства арбитражного анализа выбирается по соглашению сторон.

7. При проверке качества жженой магнезии потребителем, пробы отбирают не позднее 24 *ч* с момента поступления магнезии на склад.

IV. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

8. Определение содержания нерастворимого остатка. Около 5 *г* жженой магнезии взвешивают на аналитических весах, помещают в стакан емкостью 300—400 *мл*, смачивают 50 *мл* воды, добавляют осторожно небольшими порциями соляную кислоту (уд. в. 1,19, разбавленную 1:1) до полного растворения магнезии. Стакан закрывают часовым стеклом, содержимое его кипятят в течение 5 — 10 *мин*, фильтруют через беззольный фильтр и промывают осадок дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион хлора.

Фильтрат и промывные воды соединяют и сохраняют для дальнейших определений.

Осадок вместе с фильтром сушат, сжигают и прокаливают до постоянного веса.

Процентное содержание нерастворимого осадка A вычисляют по формуле:

$$A = \frac{a \cdot 100}{b},$$

где:

a—вес нерастворимого остатка в *г*,

b—навеска жженой магнезии в *г*.

9. Определение содержания железа.

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67; разведенная 1:1 (по объему).

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—60, не содержащий железа.

Аммоний роданистый по ГОСТ 3768—64, 10%-ный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—48.

б) *Описание определения*

К фильтру, полученному при определении нерастворимого остатка (п. 8), прибавляют 0,5 *мл* азотной кислоты, 10 *г* хлористого аммония и раствор кипятят в течение 2—3 *мин*. По охлаждении раствор переливают в мерную колбу вместимостью 500 *мл*, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают—раствор 1.

Из полученного раствора берут 100 *мл* и помещают в мерную колбу вместимостью 250 *мл*, добавляют 10 *мл* раствора роданистого аммония, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Полученный раствор колориметрируют на фотоэлектроколориметре ФЭК-М в кювете емкостью 9 *мл* с применением зеленого светофильтра. Нулевую точку устанавливают по дистиллированной воде.

Содержание железа (Fe_2O_3) в процентах (B) вычисляют по формуле:

$$B = \frac{a \cdot 500 \cdot 250 \cdot 100}{100 \cdot G},$$

где:

a—количество железа, найденное по калибровочной кривой, в *г*;

G—навеска магнезии в *г*.

в) Построение калибровочного графика. 0,604 *г* железоаммонийных квасцов растворяют в мерной колбе емкостью 1 *л* в небольшом количестве воды. К раствору прибавляют 10 *мл* соляной кислоты (1:1), и объем раствора доводят водой до метки—раствор *А*.

1 *мл* раствора *А* содержит 0,1 *мг* Fe_2O_3.

Содержание железа в данном растворе проверяют методом осаждения.

Затем в мерную колбу вместимостью 100 *мл* берут 8 *мл* раствора *А*, добавляют 10 *мл* раствора роданистого аммония, объем раствора доводят водой до метки и перемешивают—раствор *Б*.

В мерные колбы вместимостью 15 *мл* берут 2, 3, 4, 5, 6, 7 и 8 *мл* раствора Б. Объемы растворов доводят водой до метки, перемешивают и определяют оптическую плотность этих растворов на фотоэлектроколориметре ФЭК-М в кювете емкостью 9 *мл* с зеленым светофильтром. Нулевую точку устанавливают по дистиллированной воде. Серию контрольных растворов готовят и колориметрируют

6—8 раз. Для построения калибровочного графика берут среднее значение из показаний фотоколориметра.

На оси абсцисс откладывают известные концентрации железа, выраженные в *г* Fe_2O_3 в 1 *мл* колориметрируемого раствора, а на оси ординат соответствующие им значения оптической плотности.

К точкам, полученным на осях, проводят перпендикуляры, и точки пересечения соединяют прямой линией.

При расчетах, для определения содержания Fe_2O_3 в испытуемом растворе при помощи калибровочной кривой, измеряют оптическую плотность испытуемого раствора и на оси ординат находят точку, соответствующую измеренному значению оптической плотности.

Из найденной точки проводят прямую параллельно оси абсцисс до пересечений с кривой, а из точки пересечения опускают перпендикуляр на ось абсцисс. Полученная точка характеризует концентрацию Fe_2O_3 испытуемого раствора.

(Измененная редакция — «Информ. указатель стандартов» № 10 1960 г.).

10. Определение содержания сульфатов. В стакан наливают 200 *мл* раствора I (см. п. 9), подогревают его до температуры 70°С и нейтрализуют раствором аммиака до слабо щелочной реакции (проба на лакмусовую бумажку). Стакан с жидкостью подогревают на водяной бане в течение 15—20 *мин*, фильтруют и осадок промывают горячим 2%-ным раствором NH_4NO_3, к которому прибавлен раствор аммиака (1—2 капли концентрированного раствора аммиака на 300 *мл* 2%-ного раствора NH_4NO_3) до отрицательной реакции на ион хлора.

Фильтрат переливают в колбу емкостью 500 *мл*, доводят объем его водой до метки и, закрыв колбу пробкой, тщательно перемешивают (раствор II).

В стакан емкостью около 400 *мл* наливают 200 *мл* полученного раствора, нейтрализуют его соляной кислотой и добавляют еще 1 *мл* соляной кислоты (уд. в. 1,19). Раствор нагревают до кипения и осаждают сульфат нагретым до кипения 10%-ным раствором хлористого бария.

Колбу подогревают на водяной бане в течение 2 *ч* и осадку дают отстояться в течение 2—3 *ч*.

Осадок отфильтровывают через плотный беззольный фильтр и промывают его горячей водой до отрицательной реакции на ион хлора.

Осадок вместе с фильтром сушат, сжигают и прокаливают до постоянного веса.

Процентное содержание сульфатов *С* вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot 0{,}343 \cdot 500 \cdot 500 \cdot 100}{b \cdot 200 \cdot 200},$$

где:

a—вес прокаленного остатка в *г*,

b—навеска жженой магнезии, взятая для испытания по п. 8,

0,343—коэффициент для пересчета $BaSO_4$ на SO_3.

11. Определение содержания окиси кальция. В стакан емкостью 700 *мл* наливают 100 *мл* раствора II (см. п. 10), разбавляют его водой до объема около 500 *мл*, нейтрализуют соляной кислотой, нагревают до кипения, приливают еще 2 *мл* соляной кислоты (уд. в. 1,19), 10 *мл* горячего 10%-ного раствора щавелевой кислоты и 3—4 капли метилового оранжевого. Затем в ту же колбу медленно приливают (2—3 капли в минуту) 10%-ный раствор аммиака до появления слабо-желтой окраски (избыток аммиака вредит).

К полученному раствору приливают 20 *мл* горячего 1%-ного раствора щавелевокислого аммония. Жидкости дают отстояться в течение 3—4 *ч* (не более); цвет остывшей жидкости должен быть слаборозовым.

Осадок фильтруют через плотный фильтр и промывают горячим 0,5%-ным раствором щавелевокислого аммония.

Фильтрат сохраняют для определения окиси магния (п. 12).

Осадок полностью смывают с фильтра небольшим количеством воды в стакан, в котором велось осаждение; приливают 10 *мл* 10%-ного раствора соляной кислоты и нагревают до полного растворения осадка. Раствор разбавляют водой примерно до 100 *мл*, прибавляют 10 *мл* 10%-ного раствора хлористого аммония и вторично осаждают кальций, применяя 2 *мл* 10%-ного раствора щавелевой кислоты и 10 *мл* 1%-ного раствора щавелевокислого аммония.

Спустя 3—4 *ч* осадок фильтруют и промывают горячим 0,5%-ным раствором щавелевокислого аммония до отрицательной реакции на ион хлора.

Фильтрат вместе с промывными водами присоединяют к фильтрату, полученному после первого осаждения кальция, и сохраняют для определения окиси магния (п. 12).

Влажный фильтр с осадком помещают в тигель, озоляют и прокаливают до постоянного веса.

Процентное содержание окиси кальция *D* вычисляют по формуле:

$$D = \frac{a \cdot 500 \cdot 500 \cdot 100}{b \cdot 200 \cdot 100},$$

где:

a—вес прокаленного остатка в *г*,

b—навеска жженой магнезии, взятая для испытания по п. 8 в *г*.

12. Определение содержания окиси магния. Фильтрат, полученный при определении окиси кальция (п. 11), переливают в мерную колбу емкостью 1 *л*, разбавляют водой до метки и, закрыв колбу пробкой, тщательно перемешивают содержимое колбы.

В стакан емкостью около 400 *мл* наливают 100 *мл* этого раствора и разбавляют его водой примерно до 250 *мл*, прибавляют соляной кислоты до явно кислой реакции, приливают 10 *мл* 10%-ного раствора фосфорнокислого натрия или фосфорнокислого аммония и жидкость нагревают до кипения. Затем при постоянном помешивании прибавляют 10%-ный раствор аммиака в количестве $^1/_3$ объема всей жидкости. Осадку дают отстояться в течение 4 *ч* до осветления, после чего его отфильтровывают на беззольном фильтре и промывают 2,5%-ным раствором аммиака до отрицательной реакции на ион хлора.

Фильтр с осадком помещают в тигель, озоляют и прокаливают до постоянного веса.

Если полученный осадок будет серого цвета, прибавляют несколько капель азотной кислоты (уд. в. 1,4) и снова прокаливают.

Процентное содержание окиси магния E вычисляют по формуле:

$$E = \frac{a \cdot 0{,}3621 \cdot 500 \cdot 500 \cdot 1000 \cdot 100}{b \cdot 200 \cdot 100 \cdot 100},$$

где:

a—вес прокаленного остатка в *г*,

b—навеска жженой магнезии, взятая для испытания по п. 8, в *г*,

0,3621—коэффициент для пересчета $Mg_2P_2O_7$ на MgO.

13. Определение содержания хлоридов. Около 25 *г* жженой магнезии взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в стакан, смачивают небольшим количеством воды и осторожно приливают азотную кислоту (уд. в. 1,4) до растворения осадка, после чего к раствору прибавляют еще 2—3 *мл* той же кислоты. Раствор переливают в мерную колбу емкостью 200 *мл*, прибавляют 5—10 *мл* 0,1 н раствора азотнокислого серебра и, закрыв колбу, взбалтывают ее содержимое до тех пор, пока осадок не соберется в комки и раствор не станет прозрачным, после чего объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и тщательно взбалтывают. Раствор фильтруют через сухой фильтр, собирая фильтрат в сухой стакан; при этом первые 10 *мл* фильтрата отбрасывают.

В стакан переносят пипеткой 100 *мл* фильтрата, прибавляют 1—2 *мл* насыщенного раствора железоаммонийных квасцов и оттитровывают избыток азотнокислого серебра 0,1 н раствором роданистого аммония.

1 *мл* 0,1 н раствора азотнокислого серебра соответствует 0,003546 *г* Cl'.

Процентное содержание хлоридов F вычисляют по формуле:

$$F = \frac{0{,}003546\,(a - 2b) \cdot 100}{c},$$

где:

a—объем 0,1 н раствора азотнокислого серебра, взятого для анализа, в *мл*,

b—объем 0,1 н раствора роданистого аммония, пошедшего на обратное титрование, в *мл*,

c—навеска жженой магнезии в *г*.

14. Определение содержания марганца.

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—63, 1%-ный раствор.

Аммоний надсернокислый (персульфат) по ГОСТ 3766—64.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 4527—65, «х. ч.».

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53, перегнанная с марганцовокислым калием.

б) *Описание определения*

5 *г* магнезии, взвешенной с точностью до 0,01 *г*, помещают в стакан вместимостью 100 *мл*, смачивают водой и растворяют в 15—20 *мл* азотной кислоты до полного растворения магнезии. Раствор фильтруют. Стакан и фильтр промывают 3—4 раза горячей водой, и промывные воды присоединяют к основному фильтрату. К полученному раствору прибавляют 2 *мл* раствора азотнокислого серебра, 0,5 *г* надсернокислого аммония и нагревают на водяной бане до появления стабильной окраски (20—30 *мин*).

Раствор охлаждают, замеряют общий объем раствора цилиндром и колориметрируют на фотоколориметре ФЭК-М в кювете емкостью 9 *мл* с применением зеленого светофильтра. Нулевую точку устанавливают по дистиллированной воде.

Содержание марганца (Mn) в процентах (*C*) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot v \cdot 100}{G},$$

где:

a—количество марганца, выраженное в *г*, найденное по калибровочной кривой;

v—количество испытуемого раствора в *мл*;

G—навеска магнезии в *г*.

в) Построение калибровочного графика. 0,1438 *г* марганцовокислого калия растворяют в воде в мерной колбе емкостью 1 *л*. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают—раствор А.

1 *мл* раствора А содержит 0,00005 *г* Mn.

Из раствора А берут 20 *мл*, помещают в мерную колбу вместимостью 100 *мл*. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают—раствор Б.

1 *мл* раствора Б содержит 0,00001 *мг* Mn.

Затем в мерные колбы вместимостью 15 *мл* берут 2, 3, 4, 5 и 6 *мл* раствора Б. Объемы растворов доводят водой до метки, перемешивают и колориметрируют на фотоэлектроколориметре ФЭК-М в кю-

вете емкостью 9 *мл* с зеленым светофильтром. Нулевую точку устанавливают по дистиллированной воде.

Серию контрольных растворов готовят и колориметрируют 6—8 раз. Для построения калибровочного графика берут среднее значение из показаний фотоколориметра.

Пример.

Среднее значение оптической плотности (показания прибора ФЭК-М).

Количество раствора Б, мл	Содержание марганца, г	Средняя оптическая плотность
2	$0{,}133 \cdot 10^{-5}$	0,068
3	$0{,}20 \cdot 10^{-5}$	0,108
4	$0{,}266 \cdot 10^{-5}$	0,143
5	$0{,}333 \cdot 10^{-5}$	0,18
6	$0{,}40 \cdot 10^{-5}$	0,214

На оси абсцисс откладывают известные концентрации марганца, выраженные в граммах Мп в 1 *мл* испытуемого раствора, а на оси ординат соответствующие им значения оптической плотности.

К точкам, полученным на осях, проводят перпендикуляры, и точки пересечения соединяют прямой линией.

При расчетах для определения содержания марганца в испытуемом растворе при помощи калибровочной кривой измеряют оптическую плотность испытуемого раствора и на оси ординат находят точку, соответствующую измеренному значению оптической плотности.

Из найденной точки проводят прямую параллельно оси абсцисс до пересечения с кривой, а из точки пересечения опускают перпендикуляр на ось абсцисс. Полученная точка характеризует концентрацию марганца испытуемого раствора в граммах.

(Измененная редакция — «Информ. указатель стандартов» № 11 1960 г.).

15. Определение потерь при прокаливании. Около 1 *г* жженой магнезии взвешивают на аналитических весах и прокаливают до постоянного веса.

Потери при прокаливании в процентах I вычисляют по формуле:

$$I = \frac{a \cdot 100}{b},$$

где:

a—потери при прокаливании в *г*,

b—навеска жженой магнезии в *г*.

16. Ситовой анализ. Около 10 *г* жженой магнезии взвешивают с точностью до 0,01 *г* и просеивают через сито с 1600 отверстий на 1 $см^2$, сначала встряхиванием, а затем при помощи мягкой кисточки (барсук № 20).

При наличии на сите остатка, последний взвешивают с точностью до 0,0002 *г*, для чего остаток осторожно вытряхивают на лист глянцевой бумаги и затем переносят в предварительно взвешенный бюкс. После этого остаток вновь просеивают через то же сито и повторяют взвешивание на аналитических весах при соблюдении указанных условий.

Если расхождение между двумя последовательными взвешиваниями остатка составляет не более 1 *мг*, просеивание прекращают.

Величину остатка на сите в процентах K вычисляют по формуле:

$$K = \frac{a \cdot 100}{b},$$

где:

a—вес остатка на сите в *г*,

b—навеска жженой магнезии в *г*.

V. УПАКОВКА И МАРКИРОВКА

17. Магнезию упаковывают в многослойные крафтцеллюлозные мешки (вес нетто до 15 *кг*), помещаемые в мешки из прорезиненной ткани или другого водонепроницаемого материала.

Примечание. По требованию потребителей (при отправке на небольшое расстояние — до 25 *км*) допускается упаковка магнезии только в многослойные крафтцеллюлозные мешки.

18. На мешках должно быть четко обозначено: наименование завода-изготовителя, название и сорт продукта, номер партии, вес брутто и нетто и номер настоящего стандарта.

Кроме того, на мешках крупными буквами делают надпись «Скоропортящийся».

VI. ХРАНЕНИЕ И ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ

19. Жженую магнезию хранят в крытом сухом помещении, защищенном от попадания влаги, на деревянных подмостках.

Между мешками с магнезией и стенами складского помещения должно быть расстояние не менее 0,5 *м*. Не допускается укладка мешков с продуктом вблизи водопроводных и канализационных труб и отопительных приборов.

20. Жженую магнезию транспортируют в крытых сухих чистых вагонах без щелочей, а также в контейнерах.

При перевозке магнезии автомобильным или гужевым транспортом, мешки с продуктом должны быть покрыты брезентом.

Замена

ГОСТ 1277—63 введен взамен ГОСТ 1277—41.
ГОСТ 3118—67 введен взамен ГОСТ 3118—46.
ГОСТ 3768—64 введен взамен ГОСТ 3768—47.
ГОСТ 4461—67 введен взамен ГОСТ 4461—48.
–65 введен взамен ГОСТ 4527—48.

gost.e-ecolog.ru