ГОСТ Р 51795—2001

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ЦЕМЕНТЫ

Методы определения содержания минеральных добавок

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ПО СТРОИТЕЛЬСТВУ И ЖИЛИЩНО-КОММУНАЛЬНОМУ КОМПЛЕКСУ
(ГОССТРОЙ РОССИИ)

Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН ОАО «НИИЦЕМЕНТ», фирмой «Цемискон»

ВНЕСЕН Управлением стандартизации, технического нормирования и сертификации Госстроя России

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстроя России от 28 июня 2001 г. № 66

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстроя России

ISBN 5-88111-001-3

© Госстрой России, ГУП ЦПП, 2001

Содержание

1 Область применения 1

2 Нормативные ссылки 1

3 Определения 2

4 Общие положения 2

5 Методы определения содержания добавок при наличии основных компонентов цемента 4

5.1 Определение содержания добавки по нерастворимому остатку 4

5.2 Определение содержания добавки по кислотной растворимости 5

5.3 Определение содержания добавки по восстановительной величине ... 7

5.4 Определение содержания добавки по элементам-индикаторам 9

5.4.1 Определение содержания добавки по потере массы при прокаливании, оксидам кремния, кальция, магния, железа (II), (III) и алюминия 9

5.4.2 Определение содержания добавки по сульфидной сере 10

5.4.3 Определение содержания добавки по оксиду железа (II) в растворимой в соляной кислоте части цемента 11

5.4.4 Определение содержания добавки по оксиду железа (II) в нерастворимой в соляной кислоте части цемента 13

5.5 Рентгенодифрактометрический метод 15

6 Определение содержания добавки рентгенодифрактометрическим методом при отсутствии основных компонентов цемента. 17

Приложение А Перечень нормативных документов, ссылки на которые использованы в настоящем стандарте 19

Приложение Б Специфические характеристики добавок 20

Приложение В Рентгеновские дифракционные максимумы фаз основных компонентов цемента 23

к ГОСТ Р 51795—2001 Цементы. Методы определения содержания минеральных добавок

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Подпункт 5.3.4.2	соответствующего материала.	соответствующего материала. Значение восстановительной величины гипса принимают равной нулю.

(ИУС № 7 2003 г.)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ЦЕМЕНТЫ

Методы определения содержания минеральных добавок

CEMENTS

Methods for determination of content of mineral additives

Дата введения 2002-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на цементы с минеральными добавками (далее — добавки) и устанавливает методы и нормы точности определения содержания добавок в цементе.

Методы определения содержания добавок, изложенные в разделе 5 настоящего стандарта, применяют только при наличии основных компонентов цемента.

Допускается применение других методов определения содержания добавок в цементе, аттестованных в установленном порядке и обеспечивающих выполнение норм точности в соответствии с настоящим стандартом, при этом в качестве поверочных (арбитражных) следует применять методы, установленные настоящим стандартом, кроме рентгенодифрактометрического и рентгеноспектрального.

2 Нормативные ссылки

Перечень нормативных документов, ссылки на которые использованы в настоящем стандарте, приведен в приложении А.

Издание официальное

3 Определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 30515 и ГОСТ 5382, а также следующий термин с соответствующим определением.

Специфическая характеристика материала — химический или физико-химический параметр, имеющий существенно различные значения для клинкера, гипса и добавки и определяемый количественно: нерастворимый в соляной кислоте остаток, восстановительная величина, кислотная растворимость, оксид элемента и потеря массы при прокаливании (далее — элементы-индикаторы), интенсивность рентгеновского дифракционного максимума и др.

4 Общие положения

4.1 Методы определения содержания добавок в цементе основаны на различии значений специфических характеристик клинкера, добавки и гипса. Метод определения содержания добавки в цементе выбирают исходя из ее конкретной специфической характеристики в соответствии с приложением Б.

4.2 Общие требования при определении содержания добавок в цементе — в соответствии с ГОСТ 5382 (раздел 1) и настоящим стандартом.

4.3 Отбор проб цемента и основных его компонентов осуществляют по ГОСТ 30515 и технологической документации предприятия-изготовителя.

4.4 Применяемые стандартизованные средства измерения должны быть поверены и аттестованы в соответствии с ГОСТ 8.326, ГОСТ 8.513.

4.5 Для проведения анализа применяют мерную посуду не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29227, ГОСТ 29228, ГОСТ 29251 и ГОСТ 29252.

4.6 Горячая вода или горячий раствор, применяемые при химическом анализе, должны иметь температуру от 60 до 80 °С, теплая вода или теплый раствор — от 40 до 50 °С.

4.7 В качестве норм точности определения содержания добавок в цементе используют ошибки повторяемости, воспроизводимости и допустимое расхождение между результатами параллельных определений, величины которых при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать значений, указанных в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Содержание добавки в цементе	Ошибка повторяемости	Ошибка воспроизводимости	Допустимое расхождение между результатами параллельных определений
При наличии основных компонентов цемента			
До 10 включ.	1	2	1,5
Св. 10 до 30 включ.	2	4	3,0
Св. 30	3	6	4,0
При отсутствии основных компонентов цемента			
От 10 и более	4	8	6,0

4.8 Содержание гипса в цементе $X_г$, %, вычисляют по формуле

$$X_г = \left(X^{ц}_{SO_3} - \frac{X_{кл} X^{кл}_{SO_3}}{100} \right) K , \qquad (1)$$

где $X^{кл}_{SO_3}$ и $X^{ц}_{SO_3}$ — массовая доля оксида серы (VI) SO_3 соответственно в клинкере и цементе, определяемая по ГОСТ 5382, %;

$X_{кл}$ — содержание клинкера в цементе, принимаемое в соответствии с технологическим регламентом предприятия-изготовителя, %;

K — коэффициент пересчета массовой доли оксида серы (VI) SO_3 в цементе на содержание гипса, вычисляемый по формуле

$$K = \frac{100}{X^{г}_{SO_3}} , \qquad (2)$$

где $X^{г}_{SO_3}$ — массовая доля оксида серы (VI) SO_3 в гипсе, определяемая по ГОСТ 5382, %.

4.9 Содержание добавки в цементе $X_д$, %, вычисляют по формуле

$$X_д = \frac{100(CX_ц - CX_{кл}) - X_г(CX_г - CX_{кл})}{CX_д - CX_{кл}} , \qquad (3)$$

где $CX_ц$, $CX_{кл}$, $CX_г$ и $CX_д$ — величина специфической характеристики соответственно цемента, клинкера, гипса и добавки;

$X_г$ — содержание гипса в цементе, вычисленное по формуле (1), %.

При наличии в цементе двух добавок содержание одной из добавок определяют по ее специфической характеристике и вычисляют по формуле (3). При этом отношение величин данной специфической характеристики клинкера и второй добавки должно находиться в пределах от 0,6 до 1,4. Содержание второй добавки $X_{д_2}$, %, определяют по специфической характеристике, присущей обеим добавкам, и вычисляют по формуле

$$X_{д_2} = \frac{100(CX_ц - CX_{кл}) - X_{д_1}(CX_{д_1} - CX_{кл}) - X_г(CX_г - CX_{кл})}{CX_{д_2} - CX_{кл}}, \quad (4)$$

где $CX_{д_1}$ — величина специфической характеристики первой добавки;

$CX_{д_2}$ — величина специфической характеристики второй добавки;

$X_д$ — содержание первой добавки, вычисленное по формуле (3), % .

Содержание добавки в цементе $X_д$, %, определяемое по специфической характеристике, отсутствующей у гипса и клинкера, вычисляют по формуле

$$X_д = \frac{CX_ц}{CX_д} 100 . \quad (5)$$

4.10 Требования безопасности при проведении испытаний — по ГОСТ 5382 (раздел 2).

5 Методы определения содержания добавок при наличии основных компонентов цемента

5.1 Определение содержания добавки по нерастворимому остатку

Метод основан на различии массы нерастворимого в соляной кислоте остатка цемента и добавки.

5.1.1 Средства контроля

Весы лабораторные общего назначения.

Печь муфельная.
Баня водяная.
Плитка электрическая.
Посуда лабораторная.
Тигли платиновые или фарфоровые.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1 : 9.
Бумага индикаторная универсальная.

5.1.2 Порядок проведения анализа

Навески цемента и добавки массой 1 г каждая помещают в стаканы вместимостью 150 $см^3$, приливают при помешивании 25 $см^3$ воды и 5 $см^3$ соляной кислоты. Навески тщательно растирают плоским концом стеклянной палочки, растворы разбавляют водой до объема 50 $см^3$ каждый, накрывают стаканы часовыми стеклами, помещают на кипящую водяную баню и выдерживают 15 мин. Затем стаканы снимают, дают раствору отстояться и фильтруют раствор через фильтр «белая лента», добиваясь полного переноса осадка на фильтр. Осадки промывают горячей водой до нейтральной реакции по индикаторной бумаге, вместе с фильтром помещают в платиновые или фарфоровые тигли, подсушивают на электрической плитке и прокаливают в муфельной печи при температуре от 950 до 1000 °С до постоянной массы.

5.1.3 Обработка результатов

Массовую долю нерастворимого остатка $X_{н.о}$, %, в растворах цемента и добавки вычисляют по формуле

$$X_{н.о} = \frac{(m_2 - m_1)}{m} 100 , \qquad (6)$$

где m_1 — масса пустого тигля, г;
m_2 — масса тигля с прокаленным осадком раствора цемента (добавки), г;
m — масса навески цемента (добавки), г.

Содержание добавки в цементе вычисляют по формуле (5), где $X_{н.о}$ — величина специфической характеристики цемента и добавки.

5.2 Определение содержания добавки по кислотной растворимости

Метод основан на различной растворимости цемента, клинкера, гипса и добавки в избытке соляной кислоты.

5.2.1 Средства контроля

Весы лабораторные общего назначения.

Плитка электрическая.

Посуда лабораторная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор молярной концентрации 1 М, приготовленный из стандарт-титра.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации 0,25 М.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Индикатор — фенолфталеин (0,2 г растворяют в 100 см^3 спирта).

5.2.2 Порядок проведения анализа

Навески цемента, клинкера, гипса и добавки массой 0,25 г каждая помещают в колбы вместимостью 250 см^3. В каждую колбу приливают при помешивании 20 см^3 воды, 10 см^3 раствора соляной кислоты и добавляют 30 см^3 воды, помещают на плитку, нагревают до кипения и кипятят 5 мин. Затем колбы снимают с плитки, обмывают внутренние стенки колб 50 см^3 горячей воды и оттитровывают избыток соляной кислоты раствором гидроксида натрия в присутствии 5—7 капель фенолфталеина до слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

5.2.3 Обработка результатов

Содержание добавки в цементе вычисляют по формуле (3), где объем раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование избытка соляной кислоты в растворах с цементом, клинкером, гипсом и добавкой, — величина специфической характеристики соответствующего материала.

Если разность между объемами раствора гидроксида натрия, пошедшими на титрование избытка соляной кислоты в растворах с гипсом и добавкой не превышает 1 см^3, то содержание добавки в цементе $X_д$, %, вычисляют по формуле

$$X_д = \frac{100(V_ц - V_{кл})}{V_д - V_{кл}} - X_г , \qquad (7)$$

где $V_ц$, $V_{кл}$, $V_д$ — объем раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование избытка соляной кислоты соответственно в растворах с цементом, клинкером и добавкой, см^3;

$X_г$ — содержание гипса в цементе, вычисленное по формуле (1) , %.

Если объем раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование избытка соляной кислоты в растворе с добавкой, более 38 см^3, то содержание добавки в цементе $X_д$, %, вычисляют по формуле

$$X_д = \frac{100(V_ц - V_{кл})}{40 - V_{кл}} - X_г , \qquad (8)$$

где 40 — объем гидроксида натрия, эквивалентный 10 см^3 раствора соляной кислоты, остающейся несвязанной при полностью нерастворимой добавке.

5.3 Определение содержания добавки по восстановительной величине

Метод основан на различии восстановительной величины добавки, клинкера и цемента, обусловленной окислением низковалентных соединений серы, марганца и железа раствором марганцовокислого калия.

5.3.1 Средства контроля

Весы лабораторные общего назначения.

Посуда лабораторная.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор молярной концентрации вещества-эквивалента 0,1 Н, приготовленный из стандарт-титра.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Раствор щавелевокислого натрия (7 г щавелевокислого натрия по ГОСТ 5839 и 25 см^3 серной кислоты растворяют в воде и разбавляют до 1 дм^3).

5.3.2 Подготовка к проведению анализа

Перед проведением анализа определяют коэффициент K, выражающий объемное соотношение между концентрациями растворов щавелевокислого натрия и марганцовокислого калия.

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 из бюретки приливают 15 см^3 раствора щавелевокислого натрия, добавляют 100 см^3 воды, 20 см^3 серной кислоты и титруют 0,1 Н раствором марганцовокислого калия до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

Коэффициент K вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_{ср}}{15}, \qquad (9)$$

где $V_{ср}$ — объем раствора марганцовокислого калия, пошедший на титрование 15 см^3 раствора щавелевокислого натрия (среднеарифметическое значение по результатам трех титрований), см^3.

5.3.3 Порядок проведения анализа

Навеску добавки массой 0,5 г помещают в колбу вместимостью 250 см^3, содержащую 100 см^3 воды, и при помешивании приливают из бюретки 20 см^3 раствора марганцовокислого калия. После полной диспергации навески в раствор медленно добавляют 20 см^3 серной кислоты и продолжают помешивание в течение 3 мин. Если после добавления серной кислоты раствор не приобретает пурпурной окраски, определение следует повторить, увеличивая объем марганцовокислого калия до 25—30 см^3. Затем из бюретки приливают 15 см^3 щавелевокислого натрия до обесцвечивания раствора. Если раствор при этом не обесцветился, то продолжают приливать по 5 см^3 раствора щавелевокислого натрия до тех пор, пока раствор не обесцветится.

Навески клинкера и цемента массой 1 г каждая обрабатывают в тех же условиях, добавляя объемы марганцовокислого калия и щавелевокислого натрия, подобранные для добавки. Обесцвеченные растворы с добавкой, клинкером и цементом титруют раствором марганцовокислого калия до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

5.3.4 Обработка результатов

5.3.4.1 Восстановительную величину добавки $B_д$, см^3, вычисляют по формуле

$$B_д = 2(V_1 + V_2 - KV_3). \qquad (10)$$

Восстановительную величину клинкера $B_{кл}$ (цемента $B_ц$), см^3, вычисляют по формуле

$$B_{кл}(B_ц) = V_1 + V_2 - KV_3 , \qquad (11)$$

где V_1 — объем раствора марганцовокислого калия, пошедший на окисление добавки, см^3;

V_2 — объем раствора марганцовокислого калия, пошедший на обратное титрование после добавления щавелевокислого натрия, см^3;

V_3 — объем раствора щавелевокислого натрия, пошедший на восстановление избытка марганцовокислого калия, см^3;

2 — коэффициент, учитывающий определение добавки из навески массой 0,5 г;

K — коэффициент, вычисленный по формуле (9).

5.3.4.2 Содержание добавки в цементе вычисляют по формуле (3), где восстановительная величина добавки, клинкера и цемента, вычисленная по формулам (10) и (11), — величина специфической характеристики соответствующего материала.

5.4 Определение содержания добавки по элементам-индикаторам

Метод основан на различии массовой доли элемента-индикатора в цементе и его основных компонентах.

5.4.1 Определение содержания добавки по потере массы при прокаливании, оксидам кремния, кальция, магния, железа (II), (III) и алюминия

5.4.1.1 Массовую долю элементов-индикаторов в цементе, клинкере, гипсе и добавке определяют по ГОСТ 5382 (разделы 4, 6—9, приложение 3).

При определении массовой доли элементов-индикаторов в цементе рентгеноспектральным методом при изготовлении образцов-излучателей методом прессования в стандартных образцах предприятия (СОП) состава цемента и основных техногенных его компонентов (клинкер, гранулированный шлак) перед процедурой градуировки рентгеноспектрометра определяют потерю массы при прокаливании и вычисляют коэффициент стабильности $K_{ст}$ СОП состава по формуле

$$K_{ст} = \frac{100 - (ППП_2 - ППП_1)}{100}, \qquad (12)$$

где $ППП_1$ — потеря массы при прокаливании, указанная в свидетельстве на СОП состава, %;

$ППП_2$ — потеря массы при прокаливании, определенная в СОП состава перед процедурой градуировки, %.

Полученный коэффициент $K_{ст}$ умножают на значение массовых долей оксидов элементов, указанных в свидетельствах на СОП состава. Полученные значения используют далее при проведении рентгеноспектрального анализа.

5.4.1.2 Содержание добавки в цементе вычисляют по формулам (3)—(5), где массовая доля элемента-индикатора в цементе, клинкере, гипсе и добавке — величина специфической характеристики соответствующего материала.

При определении содержания добавки (гипса) в цементе с использованием рентгеноспектральной аппаратуры, сопряженной с компьютером и управляемой специальным программно-алгоритмическим комплексом (ПАК), расчет содержания добавки осуществляют посредством ПАК в соответствии с инструкцией к нему.

5.4.2. Определение содержания добавки по сульфидной сере

Метод основан на различии массовой доли сульфидной серы в цементе, клинкере и добавке.

5.4.2.1 Средства контроля

Весы лабораторные общего назначения.

Мешалка магнитная.

Посуда лабораторная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:1.

Йод по ГОСТ 4159, раствор молярной концентрации 0,1М, приготовленный из стандарт-титра.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, раствор молярной концентрации вещества-эквивалента 0,05 Н, приготовленный из стандарт-титра.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163 (1 г крахмала растворяют в 50 $см^3$ воды и в кипящий раствор добавляют 50 $см^3$ глицерина).

Глицерин по ГОСТ 6259.

Трилон Б по ГОСТ 10652.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328.

Растворитель щелочной (15 г трилона Б растворяют в 200 $см^3$ воды, добавляют 1 г гидроксида натрия и разбавляют водой до 1 $дм^3$).

5.4.2.2 Порядок проведения анализа

Навески цемента, клинкера и добавки массой 0,5 г каждая помещают в стаканы вместимостью 150 $см^3$, смачивают водой и обрабатывают 25 $см^3$ щелочного растворителя в течение 3 мин, перемешивая на магнитной мешалке или вручную. Полученные суспензии переносят небольшими порциями при постоянном перемешивании в другие стаканы той же вместимости, содержащие 10 $см^3$ раствора йода, 20 $см^3$ раствора соляной кислоты и 50 $см^3$ воды. Для полноты окисления оставшиеся в стаканах осадки обмывают одинаковыми количествами раствора йода, а затем воды, присоединяют эти объемы к основной части раствора и титруют раствором тиосульфата натрия до светло-желтой окраски, добавляют 4—5 капель крахмала и образовавшийся синий раствор окончательно оттитровывают раствором тиосульфата натрия до полного обесцвечивания.

5.4.2.3 Обработка результатов

Содержание добавки в цементе вычисляют по формуле (3), где объем раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование избытка йода в растворах с цементом, клинкером и добавкой — величина специфической характеристики соответствующего материала.

5.4.3 Определение содержания добавки по оксиду железа (II) в растворимой в соляной кислоте части цемента

Метод основан на определении оксида железа (III) и суммы оксидов железа (II) и (III) в растворимой в соляной кислоте части цемента с дальнейшим расчетом оксида железа (II) по разности полученных результатов. При этом массовую долю оксида железа (III) в присутствии оксида железа (II) определяют в среде углекислого газа, а при определении суммы оксидов железа (II) и (III) перевод двухвалентного железа в трехвалентное осуществляют посредством калия марганцовокислого.

5.4.3.1 Средства контроля

Весы лабораторные общего назначения.
Плитка электрическая.
Фотоэлектроколориметр.
Печь муфельная.
Посуда лабораторная.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:3 и раствор молярной концентрации вещества-эквивалента 4 Н (320 $см^3$ соляной кислоты разбавляют в мерной колбе до 1 $дм^3$).
Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор массовой концентрации 250 $г/дм^3$ или калий роданистый по ГОСТ 4139, раствор массовой концентрации 300 $г/дм^3$.
Газ углекислый из баллона или полученный в аппарате Киппа по ГОСТ 5382 (раздел 8).
Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор молярной концентрации 0,001 М (0,16 г калия марганцовокислого растворяют в 1 $дм^3$ воды).

5.4.3.2 Подготовка к проведению анализа

Приготовление стандартных, градуировочных и холостых растворов — по ГОСТ 5382 (подпункт 8.3.2.1).
Построение градуировочного графика — по ГОСТ 5382 (подпункт 8.4.2.2).

5.4.3.3 Порядок проведения анализа

В коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ наливают 100 $см^3$ раствора соляной кислоты 1:3 и закрывают ее пробкой с двумя отверстиями, в которые вставлены стеклянные трубки, согнутые под прямым углом. Одна из трубок (по ходу газа) доходит до дна колбы, вторая кончается под пробкой. Длинную трубку подсоединяют к источнику углекислого газа и пропускают его в течение 3—5 мин. Не прекращая потока газа, в колбу, приподняв пробку, быстро помещают навеску цемента массой 0,1 г. Содержимое колбы кипятят на плитке 15 мин, пропуская постоянно углекислый газ, кипение при этом не должно быть бурным. Затем колбу снимают с плитки, ох-

лаждают и отсоединяют от источника углекислого газа. Содержимое колбы переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой, перемешивают и часть раствора (примерно 100 см^3) быстро отфильтровывают через фильтр «белая лента». Далее в две мерные колбы вместимостью 100 см^3 отбирают пипеткой от 10 до 25 см^3 отфильтрованного раствора. В одну колбу добавляют 10 см^3 4 Н раствора соляной кислоты и 10 см^3 раствора роданистого аммония или роданистого калия (первый раствор). В другую колбу добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до слабо-розовой окраски, 10 см^3 4 Н раствора соляной кислоты и 10 см^3 раствора роданистого аммония или роданистого калия (второй раствор). Полученные растворы разбавляют водой до метки, перемешивают и немедленно фотометрируют в соответствии с ГОСТ 5382 (подпункт 8.4.2.2).

В тех же условиях обрабатывают навески клинкера массой 0,1 г и добавки массой 0,05—0,1 г в зависимости от предполагаемой в ней массовой доли оксида железа (II), (III).

5.4.3.4 Обработка результатов

Массовую долю оксида железа (II) X_{FeO}, %, вычисляют по формуле

$$X_{FeO} = [X^2_{Fe_2O_3} - X^1_{Fe_2O_3}]0{,}9\ , \qquad (13)$$

где $X^1_{Fe_2O_3}$ — массовая доля оксида железа (III), определенная в первом растворе, %;

$X^2_{Fe_2O_3}$ — массовая доля оксида железа (III), определенная во втором растворе, %;

0,9 — коэффициент пересчета массовой доли оксида железа (III) на оксид железа (II).

Содержание добавки в цементе вычисляют по формуле (3), где X_{FeO} — величина специфической характеристики цемента, клинкера и добавки.

5.4.4 Определение содержания добавки по оксиду железа (II) в нерастворимой в соляной кислоте части цемента

Метод основан на разложении нерастворимого в соляной кислоте остатка цемента смесью серной и плавиковой кислот в потоке

углекислого газа с последующим титрованием оксида железа (II) марганцовокислым калием.

5.4.4.1 Средства контроля

Весы лабораторные общего назначения.
Тигли платиновые.
Баня водяная.
Посуда лабораторная.
Кислота соляная по ГОСТ 3118.
Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор 1:4.
Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.
Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор молярной концентрации вещества-эквивалента 0,1 Н, приготовленный из стандарт-титра.
Газ углекислый из баллона или получаемый в аппарате Киппа по ГОСТ 5382 (раздел 8).
Бумага индикаторная.

5.4.4.2 Порядок проведения анализа

Навески цемента и добавки массой 1 г каждая помещают в стаканы вместимостью 100 $см^3$, прибавляют при помешивании 25 $см^3$ воды и 5 $см^3$ соляной кислоты. Навеску растирают плоским концом стеклянной палочки, доводят объем раствора водой до 50 $см^3$, накрывают стаканы часовыми стеклами и помещают на кипящую водяную баню. Через 15 мин содержимое стаканов фильтруют через фильтр «белая лента», промывают остатки в стакане горячей водой до нейтральной реакции по индикаторной бумаге. Осадки вместе с фильтром помещают в платиновые тигли, смачивают водой, прибавляют 10 $см^3$ раствора серной кислоты, доливают горячую свежепрокипяченную воду до половины тигля, далее операции выполняют по ГОСТ 5382 (подпункт 8.6.2.2).

5.4.4.3 Обработка результатов

Массовую долю оксида железа X_{FeO} (II), %, в нерастворимом в соляной кислоте остатке цемента (добавки) вычисляют по формуле

$$X_{FeO} = \frac{V 0{,}007184}{m} 100 , \qquad (14)$$

где V — объем раствора марганцовокислого калия, пошедший на титрование, см^3;

0,007184 — количество оксида железа (II), соответствующее 1 см^3 0,1 Н раствора марганцовокислого калия, г;

m — масса навески цемента (добавки), г.

Содержание добавки в цементе вычисляют по формуле (5), где X_{FeO} — величина специфической характеристики цемента и добавки.

5.5 Рентгенодифрактометрический метод

Метод основан на различии интенсивностей рентгеновских дифракционных максимумов характерных фаз цемента и добавки.

5.5.1 Средства контроля

Дифрактометр рентгеновский для поликристаллов типа ДРОН, сопряженный с компьютером. Могут быть использованы дифрактометры с регистрацией дифракционных спектров на диаграммной ленте.

Нож стальной с односторонней заточкой длиной (15±5) см.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

5.5.2 Подготовка к проведению анализа

5.5.2.1 Подготовку дифрактометра к работе проводят в соответствии с инструкцией к прибору.

5.5.2.2. Навески цемента и добавки массой не менее 5 г каждая, измельченные до полного прохождения через сито с сеткой № 004 по ГОСТ 6613, насыпают в кюветы дифрактометра — две для цемента и две для добавки, смачивают этиловым спиртом объемом, равным объему кюветы, уплотняют и срезают выступающий излишек массы ножом вровень с краями кюветы для получения ровной поверхности. Допускается использовать меньшее количество кювет, производя их перенабивку.

5.5.3 Порядок проведения анализа

Кюветы устанавливают на приставку дифрактометра в следующей последовательности: кювета с добавкой — кювета с цементом — кювета с цементом — кювета с добавкой и проводят в соответствии с инструкцией к прибору съемку дифракционного спектра в интервале углов дифракции, соответствующих фазе компонента цемента (в зависимости от материала анода трубки), по которой ведут идентификацию добавки (таблица 2).

Анализ проводят методом прямого измерения интенсивности дифракционного спектра в режиме непрерывной регистрации со скоростью сканирования счетчика 0,5 град/мин при обязательном вращении кюветы с образцом вокруг оси, перпендикулярной к плоскости образца.

Таблица 2

Характерная фаза компонента цемента	Интервал углов дифракции (2Θ), град., для анода		
	медного	никелевого	железного
Стеклофаза	20—40	21—44	25—51
Кварц, кристобалит	20—30	21—33	25—38
Карбонат кальция	34—50	37—55	43—64
Клинкерная фаза (алит)	50—55	55—60	64—71

При использовании в качестве аналитического рентгеновского дифракционного максимума фазы алита в клинкере определение содержания добавки в цементе выполняют по разделу 6.

5.5.4 Обработка результатов

Содержание добавки в цементе $X_д$, %, вычисляют по формуле

$$X_д = \frac{I_{дц}}{I_д} 100, \qquad (15)$$

где $I_{дц}$ — величина интенсивности рентгеновского дифракционного максимума фазы добавки на спектре цемента (средне-

арифметическое значение результатов двух измерений), имп/с или мм;

$I_д$ — величина интенсивности рентгеновского дифракционного максимума фазы добавки (среднеарифметическое значение результатов двух измерений), имп/с или мм.

6 Определение содержания добавки рентгенодифрактометрическим методом при отсутствии основных компонентов цемента

Метод основан на различии интенсивности рентгеновских дифракционных максимумов фазы алита в цементе и клинкере.

6.1 Средства контроля

Средства контроля — по 5.5.1.

Клинкер-эталон с массовой долей алита от 55 % до 60 %.

6.2 Подготовка и порядок проведения анализа

6.2.1 Подготовка к проведению анализа — по 5.5.2, при этом готовят одну кювету с цементом для определения качественного состава цемента; две кюветы с цементом и две с клинкером-эталоном для определения количественного состава цемента.

6.2.2 Определение качественного состава цемента

Кювету с цементом устанавливают на приставку дифрактометра и проводят в соответствии с инструкцией к прибору съемку дифракционного спектра цемента в интервале углов дифракции (2Θ) от 11 до 55 град. для трубки с медным анодом, от 14 до 71 град. — с железным анодом и от 12 до 60 град. — с никелевым анодом со скоростью сканирования счетчика 2 град/мин.

Анализ проводят методом прямого измерения интенсивности дифракционного спектра в режиме непрерывной регистрации при обязательном вращении кюветы с образцом вокруг оси, перпендикулярной плоскости образца.

По полученному дифракционному спектру цемента устанавливают вид добавки согласно приложению В и выбирают интервал углов дифракции для проведения съемки дифракционного спектра при определении количественного состава цемента.

6.2.3 Определение количественного состава цемента

Кюветы устанавливают на приставку дифрактометра в следующей последовательности: кювета с клинкером-эталоном — кювета с цементом — кювета с цементом — кювета с клинкером-эталоном и проводят в соответствии с инструкцией к прибору съемку дифракционного спектра в режиме непрерывной регистрации в выбранном интервале углов дифракции (в зависимости от материала анода трубки) для межплоскостных расстояний фазы алита и фаз алит+белит со скоростью сканирования счетчика 0,5 град/мин при обязательном вращении кюветы с образцом вокруг оси, перпендикулярной плоскости образца.

6.3 Обработка результатов

6.3.1 Содержание клинкера в цементе $X_{кл}$, %, вычисляют по формуле

$$X_{кл} = \frac{I_{ац}}{I_{акэ}} 100 , \qquad (16)$$

где $I_{ац}$ — величина интенсивности рентгеновского дифракционного максимума фазы алита в цементе (среднеарифметическое значение результатов двух измерений), имп/с или мм;

$I_{акэ}$ — величина интенсивности рентгеновского дифракционного максимума фазы алита в клинкере-эталоне (среднеарифметическое значение результатов двух измерений), имп/с или мм.

6.3.2 Содержание добавки в цементе $X_д$, %, вычисляют по формуле

$$X_д = 100 - X_{кл} - X_г , \qquad (17)$$

где $X_{кл}$ — содержание клинкера в цементе, вычисленное по формуле (16), %;

$X_г$ — содержание гипса в цементе, вычисленное по формуле (1), %.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(информационное)

Перечень нормативных документов, ссылки на которые использованы в настоящем стандарте

ГОСТ 8.326—89 ГСИ Метрологическая аттестация средств измерений

ГОСТ 8.513—84 ГСИ Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4139—75 Калий роданистый. Технические условия

ГОСТ 4159—79 Йод. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5382—91 Цементы и материалы цементного производства. Методы химического анализа

ГОСТ 5839—77 Натрий щавелевокислый. Технические условия

ГОСТ 6259—75 Глицерин. Технические условия

ГОСТ 6613—86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 10163—76 Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N', N' — тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б)

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 20490—75 Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 27067—86 Аммоний роданистый. Технические условия

ГОСТ 27068—86 Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29228—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ 29251—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29252—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без времени ожидания

ГОСТ 30515—97 Цементы. Общие технические условия

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(рекомендуемое)

Специфические характеристики добавок

Таблица Б.1

Наименование добавки	Специфическая характеристика	Метод определения
Добавки гидравлические		
Доменный гранулированный шлак	Восстановительная величина	По 5.3
	Элементы-индикаторы	По 5.4.1 (ГОСТ 5382, раздел 6, приложение 3), 5.4.2
	Интенсивность рентгеновского дифракционного максимума стеклофазы	По 5.5
	Интенсивность рентгеновского дифракционного максимума фазы алита в клинкере	По разделу 6
Электротермофосфорный гранулированный шлак	Элементы-индикаторы	По 5.4.1 (ГОСТ 5382, разделы 6, 7, приложение 3), 5.4.2
	Интенсивность рентгеновского дифракционного максимума стеклофазы	По 5.5
	Интенсивность рентгеновского дифракционного максимума фазы алита в клинкере	По разделу 6
Нефелиновый шлам	Элементы-индикаторы	По 5.4.1 (ГОСТ 5382, разделы 6, 7, приложение 3)
	Интенсивность рентгеновского дифракционного максимума фазы алита в клинкере	По разделу 6

Продолжение таблицы Б.1

Наименование добавки	Специфическая характеристика	Метод определения
Золошлаковые отходы ТЭС основные	Элементы-индикаторы, в том числе оксид железа (II) в растворимой в соляной кислоте части цемента и добавки	По 5.4.1 (ГОСТ 5382, раздел 8, приложение 3), 5.4.3
	Интенсивность рентгеновского дифракционного максимума фазы алита в клинкере	По разделу 6
Пуццолана природная	Нерастворимый в соляной кислоте остаток цемента	По 5.1
	Кислотная растворимость	По 5.2
	Элементы-индикаторы	По 5.4.1 (ГОСТ 5382, раздел 6, приложение 3)
	Интенсивность рентгеновского дифракционного максимума фазы кварца или другой кремнеземистой фазы	По 5.5
	Интенсивность рентгеновского дифракционного максимума фазы алита в клинкере	По разделу 6
Пуццолана промышленная		
Золошлаковые отходы ТЭС кислые, в том числе отработанные формовочные массы, кремнегель и др.	Нерастворимый в соляной кислоте остаток цемента	По 5.1
	Кислотная растворимость	По 5.2
	Элементы-индикаторы, в том числе оксид железа (II) в нерастворимой в соляной кислоте части цемента и добавки	По 5.4.1 (ГОСТ 5382, раздел 8, приложение 3), 5.4.4
	Интенсивность рентгеновского дифракционного максимума фазы кварца или другой кремнеземистой фазы	По 5.5
	Интенсивность рентгеновского дифракционного максимума фазы алита в клинкере	По разделу 6

Окончание таблицы Б.1

Наименование добавки	Специфическая характеристика	Метод определения
Добавки-наполнители		
Карбонатная	Элементы-индикаторы	По 5.4.1 (ГОСТ 5382, раздел 4, приложение 3)
	Интенсивность рентгеновского дифракционного максимума карбонатной фазы	По 5.5
	Интенсивность рентгеновского дифракционного максимума фазы алита в клинкере	По разделу 6
Кремнеземистая	Нерастворимый в соляной кислоте остаток цемента	По 5.1
	Кислотная растворимость	По 5.2
	Элементы-индикаторы	По 5.4.1 (ГОСТ 5382, раздел 6, приложение 3)
	Интенсивность рентгеновского дифракционного максимума фазы кварца или другой кремнеземистой фазы	По 5.5
	Интенсивность рентгеновского дифракционного максимума фазы алита в клинкере	По разделу 6

ПРИЛОЖЕНИЕ В

(справочное)

Рентгеновские дифракционные максимумы фаз основных компонентов цемента

Таблица В.1

Наименование фаз основных компонентов цемента	Характеристика дифракционного максимума фаз			
	Угол дифракции, (2Θ) град., для анода			Межплоскостное расстояние, d, Å
	медного	никелевого	железного	
Фазы клинкера				
Алит	29,53	31,67	37,14	3,04
»	30,16	32,55	38,18	2,96
»	51,90	56,24	66,74	1,76
Алит + Белит (при налагающихся дифракционных максимумах)	32,17	34,72	40,76	2,78
То же	32,78	35,38	41,54	2,73
»	34,47	37,20	43,72	2,60
»	41,38	41,42	52,73	2,18
Алюминат кальция	33,28	35,92	42,18	2,69
Алюмоферрит кальция	12,11	13,05	15,24	7,30
То же	33,90	36,62	43,02	2,64

Окончание таблицы В.1

Наименование фаз основных компонентов цемента	Характеристика дифракционного максимума фаз			
	Угол дифракции, (2Θ) град., для анода			Межплоскостное расстояние, Å
	медного	никелевого	железного	
Фазы гипса				
Сульфат кальция:				
двуводный гипс	11,63	12,53	14,64	7,60
полуводный гипс	14,85	16,00	18,70	5,96
ангидрит	25,50	27,50	32,21	3,49
Фазы добавок				
Кварц	20,90	22,50	26,33	4,25
»	26,67	28,76	33,70	3,34
»	50,37	54,56	64,66	1,81
Кальцит	29,45	31,78	37,26	3,03
»	36,04	38,92	45,76	2,49
»	47,60	51,48	60,90	1,91
»	48,65	52,66	62,35	1,87

УДК 691.54:543.06:006.354 ОКС 91.100.10 Ж 19 ОКСТУ 5709

Ключевые слова: цемент, клинкер, гипс, минеральная добавка, специфическая характеристика

Государственный стандарт Российской Федерации

ЦЕМЕНТЫ

Методы определения содержания минеральных добавок

ГОСТ Р 51795—2001

Зав. изд. отд. *Л.Ф. Калинина*
Редактор *Л.Н. Кузьмина*
Технический редактор *Л.Я. Голова*
Корректор *И.Н. Грачева*
Компьютерная верстка *Л.Н. Аверьянова*

Подписано в печать 24.10.2001. Формат 60×84 $^1/_{16}$
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,6.
Тираж 300 экз. Заказ № 1926

Государственное унитарное предприятие —
Центр проектной продукции в строительстве (ГУП ЦПП)
127238, Москва, Дмитровское ш., 46, корп. 2.
Тел/факс: (095) 482-42-65 — приемная.
Тел.: (095) 482-42-94 — отдел заказов;
(095) 482-41-12 — проектный отдел;
(095) 482-42-97 — проектный кабинет.

Шифр подписки 50.6.60

ВНИМАНИЕ!

Письмом Госстроя России от 7 декабря 2000 г. № АШ-5630/1 сообщается.

Официальной нормативной и методической документацией, утвержденной, согласованной, одобренной или введенной в действие Госстроем России и распространяемой через розничную сеть, являются издания Государственного унитарного предприятия — Центр проектной продукции в строительстве (ГУП ЦПП, г. Москва) на бумажном носителе, имеющие на обложке издания соответствующий голографический знак.

Официальной информацией о введении в действие, изменении и отмене федеральных и территориальных нормативных документов являются соответствующие публикации в журнале «Бюллетень строительной техники» (БСТ), «Информационном бюллетене о проектной, нормативной и методической документации», издаваемом ГУП ЦПП, а также в «Перечне нормативных документов по строительству, действующих на территории Российской Федерации», ежегодно издаваемом Государственным предприятием «Центр методологии нормирования и стандартизации в строительстве» (ГП ЦНС).

gost.e-ecolog.ru