

23672-79



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

**ДОЛОМИТ ДЛЯ СТЕКОЛЬНОЙ
ПРОМЫШЛЕННОСТИ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 23672—79

Издание официальное

Цена 5 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

ДОЛОМИТ ДЛЯ СТЕКОЛЬНОЙ
ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Технические условия

Dolomite for glass industry.
SpecificationsГОСТ
23672-79

ОКП 57 4321

Дата введения с 01.01.81

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на кусковой и молотый доломит, предназначенный для производства стекла.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. МАРКИ

1.1. Доломит выпускают марок: ДК-19—0,05; ДК-19—0,10; ДК-18—0,25; ДК-18—0,40 и ДМ-20—0,10.

Примечание. В обозначении марок буквы означают: Д — доломит, К — кусковой; М — молотый для производства электровакуумного стекла; цифры — массовые доли окиси магния и окиси железа соответственно, в процентах.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

2.1. Кусковой доломит должен соответствовать требованиям настоящего стандарта и нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма для марки				Метод испытания
	ДК-10—0,05	ДК-19—0,10	ДК-18—0,25	ДК-18—0,40	
1. Массовая доля окиси магния (MgO), %, не менее	19,0	19,0	18,0	18,0	По ГОСТ 23673.1—79

5.5.3. Аппаратура

Сепаратор валковый электромагнитный типа 138-Т-СЭМ.

Магнит ручной.

Набор сит по ГОСТ 3584—73.

5.5.4. Проведение анализа

5.5.4.1. Навеску молотого доломита распределяют тонким слоем на листе кальки. По поверхности пробы перемещают ручной магнит, обернутый калькой, до тех пор, пока после очередного съема магнитных примесей магнит перестанет извлекать частицы. Отобранные магнитные частицы переносят на чистый лист кальки.

5.5.4.2. Оставшуюся часть навески засыпают в загрузочный бункер валкового электромагнитного сепаратора типа 138-Т-СЭМ и проводят выделение магнитных частиц в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору, пропуская ток величиной 7,5 А. Сепарирование проводят не менее трех раз.

5.5.4.3. Магнитные включения, выделенные на электромагнитном сепараторе, объединяют с магнитными включениями, выделенными на ручном магните, переносят на сито с сеткой № 025К и просеивают вручную, протирая сетку мягкой кисточкой в течение 3—5 мин.

По окончании просеивания остаток на сите взвешивают.

5.5.5. Обработка результатов

5.5.5.1. Массовую долю магнитных включений размером более 0,25 мм (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_0}{m} \cdot 100,$$

где m_0 — масса остатка на сите, г;

m — масса навески, г.

5.5.5.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,1%.

5.5.5.3. За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, максимальное расхождение между которыми не превышает установленного значения.

5.2.2, 5.3. (5.3.1—5.3.8), 5.4 (5.4.1—5.4.7), 5.5 (5.5.1—5.5.5) (Введены дополнительно, Изм. № 1).

6. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

6.1а. Молотый доломит должен упаковываться в четырехслойные бумажные битумированные мешки БМ по ГОСТ 2226—75 или в специализированные мягкие, резиноканевые контейнеры многоразового использования для сыпучих грузов с разгрузочными устройствами и групповыми элементами для проведения разгрузочных работ массой нетто не более 1500 кг.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

6.1. Маркировка транспортной тары — по ГОСТ 14192—77 с нанесением следующих дополнительных данных:
 марки продукции и названия месторождения;
 номера партии;
 обозначения настоящего стандарта;
 наименования предприятия-изготовителя;
 даты изготовления.

6.2. Доломит всех марок транспортируют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

Кусковой доломит транспортируют навалом в открытых транспортных средствах.

Молотый доломит в мягких специализированных контейнерах по железной дороге транспортируют в полувагонах.

Молотый доломит, упакованный в мешки, транспортируют в крытых транспортных средствах.

Транспортирование упакованного в мешки доломита по железной дороге осуществляется повагонными отправлениями. При транспортировании железнодорожным транспортом молотый доломит, упакованный в мешки, формируют в транспортные пакеты по ГОСТ 21929—76. Средства крепления мешков — по ГОСТ 21650—76.

По согласованию изготовителя с потребителем допускается транспортировать молотый доломит без упаковки в цементовозах и автоцистернах.

6.3. Доломит хранят отдельно по маркам в условиях, не допускающих засорения и смешивания с другими материалами. Молотый доломит хранят в крытых складских помещениях, силосах, бункерах, предохраняя продукт от попадания влаги.

6.1—6.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

7. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

7.1. Изготовитель гарантирует соответствие доломита требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения и транспортирования.

Гарантийный срок хранения доломита — 18 месяцев со дня его изготовления.

Разд. 7. (Введен дополнительно, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством промышленности строительных материалов СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Ю. П. Лежнев, Л. А. Зайонц, И. И. Попова, И. Н. Андрианова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.05.79 № 1945

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисления, приложения
ГОСТ 334—73	5.3.5
ГОСТ 2118—77	5.4.5
ГОСТ 2226—75	6.1а
ГОСТ 2912—79	5.3.5
ГОСТ 3306—70	5.2.1
ГОСТ 3584—73	5.2.2, 5.5.3
ГОСТ 3760—79	5.4.5
ГОСТ 4108—72	5.4.5
ГОСТ 4530—76	5.3.5
ГОСТ 5072—79	5.3.5
ГОСТ 7328—82	5.3.5
ГОСТ 8478—66	5.2.1
ГОСТ 10816—64	5.4.5
ГОСТ 10691.1—84	5.3.5
ГОСТ 14192—77	6.1
ГОСТ 18300—72	5.3.5
ГОСТ 21650—76	6.2
ГОСТ 21929—76	6.2
ГОСТ 22562.7—77	5.2.2
ГОСТ 22871—77	5.1.1а
ГОСТ 23673.0—79	5.5.2
ГОСТ 23673.1-79—ГОСТ 23673.5-79	2.1, 2.1а
ГОСТ 23673.7—79	2.1а
ГОСТ 24104—80	5.3.5
ГОСТ 25336—82	5.3.5

5. Переиздание (февраль 1987 г.) с Изменением № 1, утвержденным в феврале 1987 г. Пост. № 192 от 06.02.87 (ИУС 5—87).

6. Срок действия продлен до 01.01.92 Постановлением Госстандарта от 06.02.87 № 192.

Редактор *Н. Е. Шестакова*
Технический редактор *Э. В. Митяй*
Корректор *М. М. Герасименко*

Сделано в наб. 20.03.87 Поап. в печ. 29.05.87 1,0 усл. п. л. 1,0 усл. кр. отт. 0,81 уч.-изд. л.
Тираж 8000 Цена 5 коп

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 1854.

Величина	Единица		
	Наименование	Обозначение	
		международное	русское

ОСНОВНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ

Длина	метр	m	м
Масса	килограмм	kg	кг
Время	секунда	s	с
Сила электрического тока	ампер	A	А
Термодинамическая температура	кельвин	K	К
Количество вещества	моль	mol	моль
Сила света	кандела	cd	кд

ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ

Плоский угол	радиан	rad	рад
Телесный угол	стерадиан	sr	ср

ПРОИЗВОДНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ, ИМЕЮЩИЕ СПЕЦИАЛЬНЫЕ НАИМЕНОВАНИЯ

Величина	Единица			Выражение через основные и дополнительные единицы СИ
	Наименование	Обозначение		
		международное	русское	
Частота	герц	Hz	Гц	s^{-1}
Сила	ньютон	N	Н	$м \cdot кг \cdot с^{-2}$
Давление	паскаль	Pa	Па	$м^{-1} \cdot кг \cdot с^{-2}$
Энергия	джоуль	J	Дж	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-2}$
Мощность	ватт	W	Вт	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-3}$
Количество электричества	кулон	C	Кл	$с \cdot А$
Электрическое напряжение	вольт	V	В	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-2} \cdot А^{-1}$
Электрическая емкость	фарад	F	Ф	$м^{-2} \cdot кг^{-1} \cdot с^4 \cdot А^2$
Электрическое сопротивление	ом	Ω	Ом	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-2} \cdot А^{-2}$
Электрическая проводимость	сименс	S	См	$м^{-2} \cdot кг^{-1} \cdot с^2 \cdot А^2$
Поток магнитной индукции	вебер	Wb	Вб	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-2} \cdot А^{-1}$
Магнитная индукция	тесла	T	Тл	$кг \cdot с^{-2} \cdot А^{-1} \cdot м^{-1}$
Индуктивность	генри	H	Гн	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-2} \cdot А^{-2}$
Световой поток	люмен	lm	лм	кд · ср
Освещенность	люкс	lx	лк	$м^{-2} \cdot кд \cdot ср$
Активность радионуклида	беккерель	Bq	Бк	$с^{-1}$
Поглощенная доза ионизирующего излучения	грей	Gy	Гр	$м^2 \cdot с^{-2}$
Эквивалентная доза излучения	зиверт	Sv	Зв	$м^2 \cdot с^{-2}$

Наименование показателя	Норма для марки				Метод испытания
	ДК-19—0,05	ДК-19—0,10	ДК-18—0,25	ДК-18—0,40	
2. Массовая доля окислов железа в пересчете на Fe_2O_3 , %, не более	0,05	0,10	0,25	0,40	По ГОСТ 23673.2—79
3. Массовая доля окиси кальция (CaO), %, не более	32	32	34	34	По ГОСТ 23673.1—79
4. Массовая доля двуокиси кремния (SiO_2), %, не более	1,5	2,0	2,5	5,0	По ГОСТ 23673.4—79
5. Массовая доля окиси алюминия (Al_2O_3), %, не более	1,0	1,5	2,0	2,5	По ГОСТ 23673.3—79
6. Массовая доля влаги, %, не более	7	7	7	7	По ГОСТ 23673.5—79
7. Массовая доля кусков, %, размером: более 300 мм менее 20 мм, не более	10	Отсутствие		10	По п. 5.2.1 настоящего стандарта

Примечание. Допускается по согласованию изготовителя с потребителем массовая доля влаги в кусковом доломите всех марок с 1 апреля по 1 июня и с 1 сентября по 1 ноября не более 9%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.1а. Молотый доломит марки ДМ-20—0,10 должен соответствовать нормам, указанным в табл. 2.

Таблица 2

Наименование показателя	Норма	Метод испытания
1. Массовая доля окиси магния (MgO), %	$20 \pm 1,0$	По ГОСТ 23673.1—79
2. Массовая доля окислов железа в пересчете на Fe_2O_3 , %, не более	0,1	По ГОСТ 23673.2—79 и ГОСТ 23673.7—79
3. Массовая доля окиси кальция (CaO), %	$31 \pm 1,0$	По ГОСТ 23673.1—79
4. Массовая доля двуокиси кремния (SiO_2), %, не более	2,0	По ГОСТ 23673.4—79
5. Массовая доля окиси алюминия (Al_2O_3), %, не более	1,5	По ГОСТ 23673.3—79 и ГОСТ 23673.7—79
6. Массовая доля влаги, %, не более	0,5	По ГОСТ 23673.5—79
7. Массовая доля окиси хрома (Cr_2O_3), %, не более	0,001	По п. 5.3 настоящего стандарта

Продолжение табл. 2

Наименование показателя	Норма	Метод испытания
8. Массовая доля серы в пересчете на SO_2 , %, не более	0,2	По п. 5.4 настоящего стандарта
9. Массовая доля магнитных включений размером более 0,25 мм	Отсутствие	По п. 5.5 настоящего стандарта

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2.2. Колебания массовых долей окиси кальция и окиси магния между партиями, предназначенными для одного потребителя, должны быть не более 0,75%.

2.3. В доломите всех марок не допускается наличие посторонних примесей, видимых невооруженным глазом.

2.4. В молотом доломите остаток на сетке № 1К отсутствует, остаток на сетке № 08К должен быть не более 5%. Проход через сетку № 01К должен быть не более 10%.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. Предельно допустимая концентрация доломита в воздухе рабочей зоны производственных помещений — 6 мг/м³.

4. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

4.1. Доломит принимают партиями. Партией считают количество доломита одного месторождения, одной марки, оформленное одним документом о качестве, в котором указывают:

- наименование предприятия-поставщика или его товарный знак;
- наименование и марку продукции;
- номер и дату выдачи документа;
- результаты испытаний;
- дату отгрузки;
- массу и номер партии;
- номера вагонов;
- обозначение настоящего стандарта.

4.2. Для контроля качества доломита требованиям настоящего стандарта от партии отбирают объединенную пробу массой не менее 15 кг.

4.3. При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному из показателей проводят повторные испытания по этим показателям на удвоенном количестве проб, отобранных от той же партии.

Результаты повторных испытаний распространяют на всю партию.

5. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

5.1. Отбор и подготовка проб

5.1.1. Отбор проб кускового доломита производят от штабелей до погрузки или после выгрузки его из транспортных средств не менее чем из 30 равномерно удаленных друг от друга участков штабеля.

Точечную пробу на каждом участке отбирают от 10 соприкасающихся друг с другом кусков доломита откалыванием молотком кусочков массой не менее 50 г.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.1.1а. Отбор проб молотого доломита — по ГОСТ 22871—77.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

5.1.2. Все отобранные точечные пробы соединяют в объединенную пробу, тщательно перемешивают и методом квартования сокращают до массы не менее 4 кг.

Полученную пробу измельчают на лабораторных бегунах или валковой дробилке до крупности не более 1 мм, сокращают методом квартования до массы 1 кг и тем же методом делят на две равные части, которые помещают в полиэтиленовые пакеты или стеклянные банки и снабжают этикетками с указанием:

наименования предприятия-поставщика;

наименования и марки продукции;

номера партии, даты и места отбора проб;

фамилий лиц, производивших отбор и подготовку проб.

Один пакет или банку передают в лабораторию для проведения испытаний, другой — хранят в течение 2 месяцев на случай разногласия в оценке качества.

5.1.3. Отбор проб кускового доломита для определения гранулометрического состава производят ковшом экскаватора или грейферным краном не менее чем из 10 точек, равномерно расположенных по длине и высоте штабеля.

Массу пробы для определения гранулометрического состава (m) в килограммах вычисляют по формуле

$$m = Kd,$$

где K — коэффициент, зависящий от степени однородности отобранного материала, принимаемый для кускового доломита равным 0,05;

d — размер максимального куска доломита в партии, мм.

Размер максимального куска определяют визуально или с помощью измерительной линейки.

5.2. Методы испытаний — по пп. 2.1 и 2.1а.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2.1. Массовые доли кусков размерами более 300 мм и менее 20 мм определяют путем рассева на грохоте с размером отверстий № 300 и сите с сеткой № 20 по ГОСТ 3306—70 и ГОСТ 8478—66.

Пробу материала во избежание перегрузки сита подают порциями таким образом, чтобы толщина слоя материала на сите не превышала двухкратного размера максимального куска.

Рассев проводят механическим способом или вручную перемещением кусков по поверхности сита.

Материал, оставшийся на сетке № 300 и прошедший через сетку № 20, взвешивают с погрешностью не более 0,5% от массы взвешиваемого материала.

Массовую долю материала на сетке № 300 (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса материала, оставшегося на сетке № 300, кг;

m — масса материала, взятого для отсева, кг.

Массовую долю материала, прошедшего через сетку № 20 (X_2), в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_2 \cdot 100}{m},$$

где m_2 — масса материала, прошедшего через сетку № 20, кг;

m — масса материала, взятого для отсева, кг.

5.2.2. Гранулометрический состав молотого доломита определяют по ГОСТ 22552.7—77 путем просева на ситах из полutomпакетной сетки № 1К, № 08К и № 01К, по ГОСТ 3584—73, взвешивания фракции на технических весах типа ВЛТК-500 или любых других с погрешностью не более 0,1 г.

5.3. Химико-спектральный метод определения массовой доли окиси хрома в молотом доломите

5.3.1. Метод основан на испарении анализируемой пробы из кратера угольного электрода в дуге переменного тока и на измерении почернения спектральных аналитических линий хрома, регистрируемых на фотопластинке.

5.3.2. Анализ выполняют по методу трех эталонов. Интервал определяемых содержаний 0,0002—0,01% окиси хрома.

5.3.3. Определение массовой доли окиси хрома проводят в трех навесках.

5.3.4. Контроль правильности результатов анализа осуществляют с помощью государственного стандартного образца (ГСО) состава доломита не реже одного раза в квартал, а также после

длительных перерывов в работе и при других изменениях, влияющих на результат анализа. Среднее арифметическое значение результатов трех параллельных определений в стандартном образце принимают за воспроизведенное содержание окиси хрома в стандартном образце.

5.3.5. Аппаратура, материалы и реактивы

Спектрограф дифракционный типа ДФС-452.

Источник возбуждения спектров ИВС-28.

Микрофотометр типа ИФО-460 или другой аналогичный.

Спектропроектор типа СПП-2.

Весы аналитические лабораторные 2-го класса точности с диапазоном взвешивания от 0,2 до 200 г типа АДВ-200 по ГОСТ 24104—80.

Комплект разновесов 2-го класса точности набора Г-2—210 по ГОСТ 7328—82.

Станок для заточки угольных электродов типа СЗУ-2.

Ступка агатовая или халцедоновая диаметром 90 мм.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Банки полиэтиленовые для хранения проб и образцов сравнения вместимостью 50—100 дм³ или стеклянные бюксы по ГОСТ 25336—82.

Бумага масштабно-координатная (монологарифмическая) марки ПНП по ГОСТ 334—73.

Угли графитированные марки ОСЧ-7—3 или угли спектрально-чистые марок С-1 и С-2.

Фотопластинки спектрографические типа П.

Фиксаж быстродействующий и проявитель по ГОСТ 10691.1—84.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Окись хрома по ГОСТ 2912—79.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.

Магний углекислый.

5.3.6. Подготовка к анализу

5.3.6.1. Анализируемые пробы измельчают в ступке до крупности 74 мк в присутствии спирта. Проба после измельчения должна представлять мелкий порошок, при растирании которого пальцем на поверхности ногтя не должны ощущаться отдельные частицы.

5.3.6.2. Приготовление основного образца

Основной образец с содержанием 10% массовой доли хрома готовится из окиси хрома и искусственной основы, имитирующей доломит, смеси 55% углекислого кальция и 45% углекислого магния. Образец готовится смешиванием 1,46 г окиси хрома с 8,54 г искусственной основы.

5.3.6.3. Приготовление образцов сравнения

Образцы сравнения готовятся методом последовательного разбавления спиртом из основного образца, содержащего 10% хрома, с массовой долей: 0,1; 0,03; 0,01; 0,003; 0,001; 0,0003% хрома. Полученные образцы сравнения хранят в полиэтиленовых банках или стеклянных бюксах.

5.3.7. Проведение анализа

5.3.7.1. Условия съемки спектрограмм

Источник возбуждения спектров ИВС-28

Сила тока

13 А

(фаза 60°

100 имп/с)

Глубина отверстия нижнего электрода

4 мм

Диаметр отверстия нижнего электрода

4 мм

Форма верхнего электрода — усеченный конус

с площадкой

2 мм

Экспозиция

40 с

Ширина щели спектрографа ДФС-452

0,01 мм

Дифракционная решетка

600 штрих/см

порядок

1

Высота диафрагмы на средней линзе

трехлинзовой конденсорной системы

3,2 мм.

5.3.7.2. Фотографирование спектров и обработка фотопластинок

Перед съемкой анализируемые навески вводят в углубление нижнего электрода (навеска массой 40 мг), зажигают дугу и фотографируют спектры. Также поступают и с образцами сравнения.

На одну фотопластинку снимают по три раза спектры анализируемой навески и образцов сравнения (в количестве не менее трех).

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют в свежей порции проявителя при $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$, фиксируют, промывают в проточной воде и высушивают.

5.3.8. Обработка результатов

5.3.8.1. Определение концентрации хрома производят путем фотометрирования почернения спектральной линии $\text{Cr } 425,4 \text{ нм}$ ($S_{\lambda+\phi}$) и фона вблизи аналитической линии (S_{ϕ}) и вычисляют разность почернений ΔS по формуле

$$\Delta S = S_{\lambda+\phi} - S_{\phi}$$

5.3.8.2. По трем значениям разности почернений определяют среднее арифметическое значение $\Delta S_{\text{ср}}$.

5.3.8.3. По значениям $\Delta S_{\text{ср}}$ образцов сравнения строят градуировочный график в координатах $\Delta S_{\text{ср}} - \lg C$, где C — массовая доля хрома в образцах сравнения, %.

5.3.8.4. По градуировочному графику находят массовую долю хрома в процентах.

5.3.8.5. Массовую долю хрома пересчитывают на массовую долю окиси хрома по формуле

$$X = C \cdot 2,923,$$

где C — массовая доля хрома, найденная по градуировочному графику, %;

2,923 — коэффициент пересчета C_{Cr} на $C_{Cr_2O_3}$.

5.3.8.6. Допускаемое расхождение между результатами трех параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать значений величин, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля окиси хрома, %	Допускаемое расхождение, %
0,01—0,02	14,0
0,005—0,01	18,0
0,001—0,002	20,0

5.3.8.7. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, максимальное расхождение между которыми не превышает значений, установленных в п. 5.3.8.6.

5.4. Гравиметрический метод определения массовой доли серного ангидрида в молотом доломите.

5.4.1. Метод основан на определении серного ангидрида при осаждении его в слабокислой среде в виде сульфата бария.

5.4.2. Интервал определяемых содержаний 0,05 — 0,5% серного ангидрида.

5.4.3. Определение массовой доли серного ангидрида проводят в трех навесках массой по 2—3 г доломита.

5.4.4. Контроль правильности результатов анализа осуществляют с помощью государственного стандартного образца (ГСО) состава доломита не реже одного раза в квартал, а также после длительных перерывов в работе и при других изменениях, влияющих на результат анализа. Среднее арифметическое значение трех параллельных определений в стандартном образце принимают за воспроизведенное содержание серного ангидрида в стандартном образце.

5.4.5. Аппаратура, материалы, реактивы

Печь муфельная с температурой нагрева до 900°C.

Кислота соляная по ГОСТ 2118—77, разбавленная 0,5 моль/дм³, 1:3.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, 0,1 моль/дм³ раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Метилоранж, индикатор по ГОСТ 10816—64, 0,1%-ный раствор.

5.4.6. Проведение испытания

Навеску доломита массой 2—3 г помещают в платиновый тигель и сплавляют с 6—7 г безводного углекислого натрия и 0,1—0,15 г азотнокислого калия до образования прозрачного расплава. Сплав выщелачивают 50—70 см³ горячей воды в стакан и растворяют в 150 м³ соляной кислоты (1:3).

Кислоту приливают осторожно, по частям, стакан при растворении сплава прикрывают стеклом. После прекращения интенсивного выделения пузырьков газа стекло снимают, обмывают его водой. Фильтрат нейтрализуют аммиаком по метилоранжу и добавляют 5 см³ 0,5 моль/дм³ соляной кислоты. Прозрачный раствор нагревают до кипения и к нему по каплям при перемешивании приливают 30 см³ 0,1 моль/дм³ раствора хлористого бария, также нагретого до кипения.

Содержимое стакана выдерживают на водяной бане 2 ч и оставляют на ночь при комнатной температуре. Выделившийся осадок сернокислого бария переносят на двойной фильтр синяя лента и промывают 8—10 раз теплой водой.

Фильтр с осадком помещают в прокаленный и предварительно взвешенный тигель, осторожно сжигают и прокаливают осадок при 800°C до постоянной массы. После охлаждения в эксикаторе осадок сернокислого бария взвешивают.

5.4.7. Обработка результатов

5.4.7.1. Массовую долю серного ангидрида (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 0,3430 \cdot 100}{m},$$

где m — масса навески, г;

m_1 — масса осадка сернокислого бария, г;

0,3430 — множитель для пересчета BaSO₄ на SO₃.

5.4.7.2. Допускаемое расхождение между результатами трех параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать 0,005%.

5.4.7.3. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, максимальное расхождение между которыми не превышает установленного значения.

5.5. Определение массовой доли магнитных включений размером более 0,25 мм в молотом доломите

5.5.1. Сущность метода состоит в отделении магнитных включений с помощью ручного магнита и электромагнитного сепаратора.

5.5.2. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23673.0—79. Определение проводят в трех навесках массой по 100 г.