

СССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 844—41*
Всесоюзный комитет стандартов при Совнаркоте Союза ССР	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<sup>2</sup> (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.

Наименование 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 <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 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 <sub>3</sub> , не более	0,4	0,7
е) Хлориды в пересчете на Cl <sup>-</sup> , не более	0,035	0,08
ж) Марганец, не более	0,003	0,007
з) Потери при прокаливании, не более	8,5	8,5

П р и м е ч а н и е. 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 ССР	Утвержден Всесоюзным комитетом стандартов 11/VI 1941 г.	Срок введения 1/VIII 1941 г.
--	---	---------------------------------

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

## 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  $\frac{2}{3}$  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 A.

1 мл раствора A 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 A, добавляют 10 мл раствора роданистого аммония, объем раствора доводят водой до метки и перемешивают—раствор B.

В мерные колбы вместимостью 15 мл берут 2, 3, 4, 5, 6, 7 и 8 мл раствора B. 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<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 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<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 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<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 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°C 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<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>, к которому прибавлен раствор аммиака (1—2 капли концентрированного раствора аммиака на 300 мл 2%-ного раствора NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>) 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  $\text{BaSO}_4$  на  $\text{SO}_3$ .

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  $\frac{1}{3}$  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 отфильтровывают 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 реагенты 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—рассвир 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—рассвир 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 кюве

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	$0,133 \cdot 10^{-3}$	0,068
3	$0,20 \cdot 10^{-3}$	0,108
4	$0,266 \cdot 10^{-3}$	0,143
5	$0,333 \cdot 10^{-3}$	0,18
6	$0,40 \cdot 10^{-3}$	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<sup>2</sup>, 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 крафтцеллюзные мешки (вес нетто до 15 кг), помещаемые в мешки из прорезиненной ткани или другого водонепроницаемого материала.

П р и м е ч а н и е. По требованию потребителей (при отправке на небольшое расстояние — до 25 км) допускается упаковка магнезии только в многослойные крафтцеллюзные 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 щелочек, 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.

ГОСТ 4527-65 введен взамен ГОСТ 4527-48.