

ГОСТ 14050—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**МУКА ИЗВЕСТНЯКОВАЯ
(ДОЛОМИТОВАЯ)**

Технические условия

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Госстандартом России

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1993 г.

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Кыргызская Республика Республика Молдова Российская Федерация Республика Таджикистан Туркменистан	Кыргызстандарт Молдовастандарт Госстандарт России Таджикгосстандарт Туркменглавгосинспекция

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 2 июня 1994 г. № 160 межгосударственный стандарт ГОСТ 14050—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1995 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 14050—78

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Февраль 2003 г.

© ИПК Издательство стандартов, 1995

© ИПК Издательство стандартов, 2003

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

полный остаток на каждом сите (A_i) в процентах по формуле

$$A_i = a_{10} + a_5 + \dots + a_i,$$

где a_{10}, a_5, \dots, a_i — частные остатки на соответствующих ситах, %.

4.5 Определение массовой доли влаги

4.5.1 Аппаратура

Весы по ГОСТ 29329 3-го класса с погрешностью взвешивания $\pm 0,01$ г.

Шкаф сушильный.

4.5.2 Проведение анализа

5 г известняковой (доломитовой) муки марки А или 50 г марок В и С помещают в предварительно высушенный и взвешенный бюкс с крышкой. Высушивают в течение 2 ч при температуре 200—250 °С в сушильном шкафу при снятой крышке бюкса.

Перед взвешиванием бюкс закрывают крышкой и охлаждают в эксикаторе в течение 30 мин. Взвешивают с погрешностью не более 0,01 г.

4.5.3 Обработка результатов

Массовую долю влаги (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(m - m_1)}{m} \cdot 100,$$

где m — масса навески, г;

m_1 — масса известняковой муки после сушки, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3 %.

4.6 Показатель активно действующего вещества ($AДВ$) в известняковой (доломитовой) муке в процентах рассчитывают по формуле

$$AДВ = \frac{(100 - H) \cdot (100 - X_3) \cdot X}{10000},$$

где H — содержание неактивных фракций, %;

X_3 — массовая доля влаги, %;

X — суммарная массовая доля карбонатов кальция и магния.

К неактивным относятся фракции с размером частиц:

1-й класс — 100 % фракции более 5 мм;

20 % фракции 3—5 мм;

2-й класс — 100 % фракции более 5 мм;

100 % фракции 3—5 мм;

20 % фракции 1—3 мм;

3-й класс — 100 % фракции более 5 мм;

100 % фракции 3—5 мм;

50 % фракции 1—3 мм;

4-й класс — 100 % фракции более 5 мм;

100 % фракции 3—5 мм;

100 % фракции 1—3 мм.

4.7 Определение удельной активности естественных и техногенных радионуклидов проводят в специализированных лабораториях.

5 Транспортирование и хранение

5.1 Известняковую (доломитовую) муку марки А с массовой долей влаги 1; 5 % (группа I) транспортируют насыпью в очищенных от ранее перевозимого груза цистернах-цементовозах, вагонах-хопперах, с использованием контейнеров в полувагонах и платформах, трюмах самоходных барж, а также в специальных закрытых автомашинах и прицепах в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на транспорте данного вида.

Тип подвижного состава согласуется с получателем исходя из возможности складского хозяйства.

5.2 Известняковую (доломитовую) муку марки А с массовой долей влаги 6 % (группа 2) транспортируют всеми видами крытого транспорта.

По согласованию с потребителем транспортирование может проводиться открытым транспортом с покрытием полиэтиленовыми или другими влагонепроницаемыми материалами.

5.3 Известняковую (доломитовую) муку марок В и С транспортируют в открытых вагонах с нижними выгрузочными люками, баржах, а также в грузовых автомобилях в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на транспорте данного вида.

5.4 Известняковую (доломитовую) муку марки А с массовой долей влаги до 1,5 % (группа 1) хранят в крытых силосных складах.

Известняковую (доломитовую) муку марки А с массовой долей влаги до 6 % (группа 2) хранят в крытых складах, исключающих возможность ее увлажнения, распыления, засорения посторонними примесями.

Известняковую (доломитовую) муку марок В и С хранят в крытых неотапливаемых складах, в насыпях под навесом, на открытых площадках с твердым покрытием, на складах открытого типа.

5.5 Срок хранения известняковой (доломитовой) муки — не более 1 года.

ПРИЛОЖЕНИЕ (справочное)

Дополнительный показатель известняковой (доломитовой) муки — удельная эффективная активность природных радионуклидов определяется при разведке и имеет допустимое значение 125 Бк/кг. В случаях, когда этот показатель не определяется при разведке или месторождение было загрязнено техногенными радионуклидами, должен быть проведен радиационный контроль.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.326—89	4.1.6	ГОСТ 6709—72	4.3.1.1, 4.3.2.1
ГОСТ 12.1.005—88	1.8.1, 1.8.2	ГОСТ 8267—93	1.2
ГОСТ 12.4.099—80	1.8.3	ГОСТ 8269.0—97	4.2.1
ГОСТ 12.4.100—80	1.8.3	ГОСТ 10652—73	4.3.2.1
ГОСТ 1770—74	4.3.2.1	ГОСТ 14919—83	4.3.1.1, 4.3.2.1
ГОСТ 3118—77	4.3.1.1, 4.3.2.1	ГОСТ 17299—78	4.3.2.1
ГОСТ 3760—79	4.3.2.1	ГОСТ 24104—88	4.3.1.1, 4.3.2.1
ГОСТ 3773—72	4.3.2.1	ГОСТ 24363—80	4.3.2.1
ГОСТ 4234—77	4.3.2.1	ГОСТ 25336—82	4.3.1.1, 4.3.2.1
ГОСТ 4328—77	4.3.1.1	ГОСТ 29057—91	1.8.3
ГОСТ 4523—77	4.3.2.1	ГОСТ 29058—91	1.8.3
ГОСТ 4568—95	1.4	ГОСТ 29329—92	4.3.1.1, 4.3.2.1, 4.4.1, 4.5.1

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *В.И. Кануркина*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 30.01.2003. Подписано в печать 05.03.2003. Усл.печ.л. 1,40. Уч.-изд.л. 1,25.
Тираж 101 экз. С 9875. Зак. 187.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru

Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Пар № 080102

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т**МУКА ИЗВЕСТНЯКОВАЯ (ДОЛОМИТОВАЯ)****Технические условия**Limestone meal (dolomite).
Specifications**ГОСТ
14050—93**МКС 65.080
ОКП 57 4331

Дата введения 1995—01—01

Настоящий стандарт распространяется на известняковую (доломитовую) муку, получаемую измельчением карбонатных пород или отсеков их дробления при производстве щебня. В качестве известняковой (доломитовой) муки допускается применение отсеков дробления без дополнительного измельчения, если их зерновой состав соответствует требованиям настоящего стандарта.

Известняковая (доломитовая) мука применяется в сельском хозяйстве для известкования кислых почв.

Допустимое значение удельной эффективной активности природных радионуклидов в известняковой (доломитовой) муке устанавливается по среднему значению показателя в почве (125 Бк/кг) и определяется его значениями в исходном сырье.

1 Технические требования

1.1 Известняковая (доломитовая) мука должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2 Известняковую (доломитовую) муку в зависимости от предела прочности карбонатных пород при сжатии в насыщенном водой состоянии или марки по прочности отсеков дробления по ГОСТ 8267 подразделяют на четыре класса:

- 1-й класс — прочность до 20 МПа;
- 2-й класс — прочность св. 20 до 40 МПа;
- 3-й класс — прочность св. 40 до 60 МПа;
- 4-й класс — прочность св. 60 МПа.

П р и м е ч а н и е — Если добычной уступ состоит из карбонатных пород различной прочности, то класс муки определяют по средневзвешенной прочности пород уступа.

1.3 Известняковую (доломитовую) муку в зависимости от зернового состава подразделяют на три марки (для классов 1, 2, 3) — А, В, С и на две марки для класса 4 — А и С (таблицы 1—3).

1.4 Известняковую (доломитовую) муку марки А в зависимости от массовой доли влаги подразделяют на две группы: группа 1 и группа 2 (таблицы 1—3).

С целью снижения смерзаемости известняковой (доломитовой) муки марок В и С с массовой долей влаги более 6 % в период с октября по март должны применяться профилактические добавки или способы, обеспечивающие сохранение сыпучести. В качестве профилактических добавок используют хлористый калий с массовой долей не менее 5 % (ГОСТ 4568) или другие соединения аналогичного действия.

1.5 Допустимая минимальная суммарная массовая доля карбонатов кальция и магния в зависимости от класса известняковой (доломитовой) муки указана в таблицах 1—3.

1.6 Для комплексной оценки качества известняковой (доломитовой) муки применяют показатель, характеризующий содержание активно действующего вещества (АДВ), учитывающий массовую долю карбонатов кальция и магния, влаги и зерновой состав в зависимости от класса известняковой (доломитовой) муки.

ГОСТ 14050—93

Допустимые минимальные значения АДВ в зависимости от классов и марок приведены в таблицах 1—3.

1.7 Физико-химические показатели известняковой (доломитовой) муки указаны в таблицах 1—3.

Таблица 1

Наименование показателя	Известняковая (доломитовая) мука марки А			
	1-й класс	2-й класс	3-й класс	4-й класс
Предел прочности исходной карбонатной породы при сжатии в насыщенном водой состоянии	Менее 20 МПа	Св. 20 до 40 МПа	Св. 40 до 60 МПа	Св. 60 МПа
Суммарная массовая доля карбонатов кальция и магния, %, не менее	80	80	85	85
Зерновой состав, %, полные остатки на ситах:				
5 мм не более	0	0	0	0
3 мм не более	3*	3	2	1
1 мм не более	25	15	10	3
Массовая доля влаги, %, не более:				
октябрь — март				
группа 1	1,5	1,5	1,5	1,5
группа 2	6,0	6,0	6,0	3,0
апрель — сентябрь				
группа 1	1,5	1,5	1,5	1,5
группа 2	6,0	6,0	6,0	3,0
Показатель АДВ, %, не менее:				
группа 1	78	74	78	81
группа 2	74	71	75	77
* Для известняковой (доломитовой) муки марки А класса 1 (группа 2) допускается остаток на сите 3 мм не более 5 %.				

Таблица 2

Наименование показателя	Известняковая (доломитовая) мука марки В			
	1-й класс	2-й класс	3-й класс	4-й класс
Предел прочности исходной карбонатной породы при сжатии в насыщенном водой состоянии	Менее 20 МПа	Св. 20 МПа до 40 МПа	Св. 40 МПа до 60 МПа	Св. 60 МПа
Суммарная массовая доля карбонатов кальция и магния, %, не менее	80	80	85	—
Зерновой состав, %, полные остатки на ситах:				
10 мм не более	0	0	0	—
5 мм не более	5	3	2	—
3 мм не более	10	5	4	—
1 мм не более	35	25	15	—
Массовая доля влаги, %, не более:				
без введения профилактической добавки				
октябрь — март	6,0	6,0	6,0	—
апрель — сентябрь	15,0	12,0	8,0	—
с введением профилактической добавки				
октябрь — март	15,0	12,0	8,0	—
Показатель АДВ, %, не менее	64	64	71	—

Таблица 3

Наименование показателя	Известняковая (доломитовая) мука марки С			
	1-й класс	2-й класс	3-й класс	4-й класс
Предел прочности исходной карбонатной породы при сжатии в насыщенном водой состоянии	Менее 20 МПа	Св. 20 МПа до 40 МПа	Св. 40 МПа до 60 МПа	Св. 60 МПа
Суммарная массовая доля карбонатов кальция и магния, %, не менее	80	80	85	85
Зерновой состав, %, полные остатки на ситах:				
10 мм не более	0	0	0	0
5 мм не более	7	5	4	3
3 мм не более	25	20	15	10
1 мм не более	45	40	38	20
Массовая доля влаги, %, не более:				
без введения профилактической добавки				
октябрь — март	6,0	6,0	6,0	3,0
апрель — сентябрь	15,0	12,0	8,0	8,0
с введением профилактической добавки				
октябрь — март	15,0	12,0	8,0	8,0
Показатель АДВ, %, не менее	60	60	60	62

Примечание — Для известняковой (доломитовой) муки марки С, выпускаемой А/П «Касимовнеруд», разрешается отклонение отдельных показателей от установленных настоящим стандартом, при условии, что содержание АДВ снижается не более чем на 10 %.

1.8 Требования безопасности

1.8.1 Известняковая (доломитовая) мука нетоксична, пожаро- и взрывобезопасна (IV класс опасности по ГОСТ 12.1.005).

1.8.2 Предельно допустимая концентрация пыли, образующейся при погрузке и выгрузке известняковой (доломитовой) муки в рабочих помещениях и на рабочих площадках, — 6 мг/м³ (ГОСТ 12.1.005). На рабочих местах должно быть обеспечено пылеулавливание и пылеподавление.

1.8.3 При работе с известняковой (доломитовой) мукой должна применяться специальная одежда и средства индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.099, ГОСТ 12.4.100, ГОСТ 29057, ГОСТ 29058.

1.8.4 Все работы с известняковой (доломитовой) мукой должны проводиться в соответствии с санитарными правилами по хранению, транспортированию и применению удобрений в сельском хозяйстве.

2 Приемка

2.1 Известняковую (доломитовую) муку принимают партиями. Партией считают любое количество известняковой (доломитовой) муки одного класса, одной марки и группы, одновременно отгружаемое одному потребителю и сопровождаемое одним документом о качестве.

Документ должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя;

дату отгрузки;

номер партии и ее массу;

наименование продукции, класс, марку, группу;

зерновой состав;

показатель массовой доли влаги;

показатель суммарной массовой доли карбонатов кальция и магния;

показатель АДВ;

обозначение настоящего стандарта.

2.2 Количество поставляемой известняковой (доломитовой) муки определяют по массе.

2.3 Для контроля качества известняковой (доломитовой) муки требованиям настоящего стандарта проводят приемочный контроль на предприятии-изготовителе.

2.4 Приемочный контроль на предприятии-изготовителе проводят путем испытания объединенных проб, получаемых из точечных проб, отобранных из потока известняковой (доломитовой) муки в течение каждой смены. При проведении приемочного контроля определяют зерновой состав и массовую долю влаги.

2.5 Периодический контроль включает определение предела прочности при сжатии карбонатной породы в насыщенном водой состоянии или марки по прочности отсеков дробления, определение массовой доли карбонатов кальция и магния и суммарной удельной активности смеси естественных и техногенных радионуклидов.

Периодический контроль проводят путем испытания объединенных проб, полученных из точечных проб, отобранных из потока известняковой (доломитовой) муки в течение смены.

Определение предела прочности при сжатии карбонатной породы в насыщенном водой состоянии или марки по прочности отсеков дробления проводят один раз в квартал или при изменении свойств разрабатываемой породы.

Определение суммарной массовой доли карбонатов кальция и магния проводят один раз в 10 дней или при изменении свойств разрабатываемой породы.

2.6 Для входного контроля известняковой (доломитовой) муки, отгружаемой железнодорожным транспортом, точечные пробы отбирают при разгрузке вагонов из потока известняковой (доломитовой) муки, транспортируемой на склад потребителя.

Число опробованных вагонов принимают с учетом получения требуемого количества точечных проб в соответствии с 3.1.2. Если партия состоит из одного вагона, при его разгрузке отбирают три точечные пробы. Если непрерывный транспорт при разгрузке вагонов с известняковой (доломитовой) мукой марок В и С не применяют, точечные пробы отбирают непосредственно из вагонов. Точки отбора выбирают в центре и в двух углах вагона.

2.7 Для входного контроля известняковой (доломитовой) муки марок В и С, отгружаемой водным транспортом, точечные пробы отбирают при разгрузке судов из потока известняковой (доломитовой) муки, транспортируемой на склад потребителя. При разгрузке судов грейферными кранами точечные пробы отбирают через равные интервалы времени по мере разгрузки с вновь образованной поверхности известняковой (доломитовой) муки в судне. Количество точечных проб устанавливают в соответствии с 3.1.2.

2.8 Для входного контроля известняковой (доломитовой) муки марок В и С, отгружаемой автомобильным транспортом, точечные пробы отбирают при разгрузке автомобилей.

В случае использования при разгрузке известняковой (доломитовой) муки марок В и С непрерывного транспорта точечные пробы отбирают из потоков известняковой (доломитовой) муки.

Если непрерывный транспорт при разгрузке известняковой (доломитовой) муки марок В и С не применяют, точечные пробы отбирают непосредственно из автомобилей.

Число опробываемых автомобилей устанавливают в соответствии с 3.1.2. Из каждого опробываемого автомобиля отбирают одну точечную пробу в центре кузова.

3 Отбор проб

3.1 Для отбора проб известняковой (доломитовой) муки применяют механические или ручные пробоотборники, обеспечивающие извлечение проб известняковой (доломитовой) муки в процессе ее транспортирования. Масса точечной пробы должна быть не менее 500 г.

3.1.1 При приемочном контроле из потока известняковой (доломитовой) муки марки А отбирают в течение смены не менее двух точечных проб, из потока муки марок В и С — не менее четырех точечных проб.

Для получения объединенной пробы точечные пробы, отобранные в течение смены, тщательно перемешивают и сокращают квартованием или с помощью желобчатого делителя до получения лабораторной пробы массой не менее 200 г.

Масса лабораторной пробы должна обеспечивать проведение всех предусмотренных стандартом испытаний. Допускается проводить несколько испытаний, используя одну пробу, если в процессе испытаний определяемые свойства известняковой (доломитовой) муки не изменяются. При этом масса лабораторной пробы должна быть не менее чем в два раза больше суммарной массы, необходимой для проведения испытаний.

Для каждого испытания из лабораторной пробы отбирают аналитическую пробу.

Из аналитической пробы отбирают навески в соответствии с методикой испытаний.

3.1.2 При входном контроле число точечных проб должно быть не менее указанного в таблице 4.

Таблица 4

Масса партии, т	Число точечных проб известняковой (доломитовой) муки	
	марка А	марки В и С
500	3	10
1000	5	15
Св. 1000	10	20

Из точечных проб образуют объединенную пробу, характеризующую контролируемую партию. Путем усреднения и сокращения в соответствии с 3.1.1 готовят две лабораторные пробы. Одна проба предназначена для проведения испытаний, другая — для арбитражной проверки.

4 Методы испытаний

4.1 Общие требования

4.1.1 Пробы взвешивают с погрешностью не более 0,1 % массы, если в стандарте не даны другие указания.

4.1.2 Пробы или навески высушивают до постоянной массы в сушильном шкафу при температуре (105 ± 5) °С до тех пор, пока разница между результатами двух взвешиваний будет не более 0,1 % массы. Каждое последующее взвешивание проводят после высушивания в течение не менее 1 ч и охлаждения не менее 45 мин.

4.1.3 Результаты испытаний рассчитывают с точностью до второго знака после запятой, если не даны другие указания относительно точности вычисления.

4.1.4 Температура помещения, в котором проводят испытания, должна быть (25 ± 10) °С. Перед началом испытания пробы и вода должны иметь температуру воздуха в помещении.

4.1.5 При использовании в качестве реактивов опасных (едких, токсичных) веществ следует руководствоваться требованиями безопасности, изложенными в нормативно-технических документах на эти реактивы.

4.1.6 При проведении испытания допускается использование импортного оборудования. Применяемые нестандартные средства измерений должны пройти метрологическую аттестацию в соответствии с ГОСТ 8.326*.

4.2 Определение предела прочности при сжатии

4.2.1 Предел прочности карбонатной породы при сжатии, используемой для производства известняковой (доломитовой) муки, или отсевов дробления определяют по ГОСТ 8269.0.

Средневзвешенную прочность карбонатной породы ($G_{ср}$) в мегапаскалях рассчитывают по формуле

$$G_{ср} = \frac{G_1 h_1 + G_2 h_2 + \dots + G_n h_n}{h_1 + h_2 + \dots + h_n},$$

где G_1, G_2, \dots, G_n — предел прочности разновидности породы при сжатии, МПа;

h_1, h_2, \dots, h_n — мощность слоя разновидности породы в добычном уступе, м.

4.3 Определение суммарной массовой доли карбонатов кальция и магния

4.3.1 Определение суммарной массовой доли карбонатов кальция и магния (при массовой доле $MgCO_3$ до 6 %)

4.3.1.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Весы по ГОСТ 29329 и ГОСТ 24104** 1-го класса с погрешностью взвешивания $\pm 0,0003$ г.

Колба Кн-2—250—34 (40, 50) ТХС по ГОСТ 25336.

Бюретка вместимостью 50 см³ с ценой деления 0,1 см³.

Капельница любого исполнения по ГОСТ 25336.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

* На территории Российской Федерации действуют ПР 50.2.009—94.

** С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 концентрации $c(\text{HCl}) = 1$ моль/дм³.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328 концентрации $c(\text{NaOH}) = 1$ моль/дм³.

4.3.1.2 Проведение анализа

1 г высушенной до постоянной массы известковой (доломитовой) муки взвешивают с погрешностью не более 0,0003 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, смачивают несколькими каплями дистиллированной воды и добавляют из бюретки 25 см³ соляной кислоты. Колбу накрывают часовым стеклом и кипятят на электрической плитке до полного разложения карбонатов кальция и магния.

Колбу снимают с плитки и горячей водой тщательно смывают ее внутренние стенки, доводят объем жидкости в колбе до 100—120 см³, затем добавляют 4—5 капель раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроксида натрия концентрации 1 моль/дм³ до появления устойчивой розовой окраски.

4.3.1.3 Обработка результатов

Суммарную массовую долю карбонатов кальция и магния (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(K \cdot V - K_1 \cdot V_1) \cdot 0,05 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³, взятой для разложения карбонатов кальция и магния, см³;

K — коэффициент поправки к титру раствора соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³;

V_1 — объем раствора гидроксида натрия концентрации 1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

K_1 — коэффициент поправки к титру раствора гидроксида натрия концентрации 1 моль/дм³;

0,05 — масса карбоната кальция, соответствующая 1 см³ раствора соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³, г;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2 %.

4.3.2 Определение суммарной массовой доли карбонатов кальция и магния (при массовой доле MgCO_3 более 6 %)

4.3.2.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Весы по ГОСТ 29329 и ГОСТ 24104 1-го класса с погрешностью взвешивания $\pm 0,0003$ г.

Бюретка вместимостью 50 см³ с ценой деления 0,1 см³.

Пипетка вместимостью 25 см³.

Колба Кн-2—250—34 (40, 50) ТХС по ГОСТ 25336.

Воронка В-56 (75, 100)—80 (110, 150) ХС по ГОСТ 25336.

Колба мерная 1(2)—1000—2, 1(2)—250—2 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1—10; 1—250; 1—1000 по ГОСТ 1770.

Стакан В-1—150 (250) по ГОСТ 25336.

Капельница любого исполнения по ГОСТ 25336.

Стаканчик для взвешивания любого исполнения по ГОСТ 25336.

Шкаф сушильный ШС-40М или аналогичный.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 концентрации $c(\text{HCl}) = 1$ моль/дм³.

Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 25 %.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Раствор аммиачно-буферный готовят следующим образом: 67,5 г хлористого аммония растворяют в 200 см³ дистиллированной воды, фильтруют, прибавляют 570 см³ раствора аммиака, доливают до 1 дм³ дистиллированной водой и хорошо перемешивают.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Триэтанолламин, водный раствор с массовой долей 50 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Магний сернокислый 7-водный по ГОСТ 4523, раствор концентрации c ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) = $0,025$ моль/дм³.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор концентрации c ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) = $0,025$ моль/дм³ готовят следующим образом:

9,307 г трилона Б растворяют в мерной колбе в 300—400 см³ дистиллированной воды при незначительном нагревании. Если раствор получится мутным, его фильтруют, затем доливают до 1 дм³ дистиллированной водой и хорошо перемешивают.

Для установки титра раствора трилона Б концентрации $0,025$ моль/дм³ в коническую колбу вместимостью 250—300 см³ приливают из бюретки 10 см³ титрованного раствора сернокислого магния, приготовленного из фиксаля, разбавляют раствор до 100 см³ дистиллированной водой, нагревая до 60—70 °С, приливают 7—10 см³ аммиачно-буферного раствора и 5—7 капель индикатора кислотного хрома темно-синего и титруют раствором трилона Б при интенсивном помешивании до перехода красной окраски раствора в устойчивую сине-сиреневую или синюю с зеленоватым оттенком. Титрование повторяют до получения сходящихся результатов трех параллельных определений.

Коэффициент поправки (K) к титру раствора трилона Б концентрации $0,025$ моль/дм³ вычисляют по формуле

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

где V — объем раствора трилона Б концентрации $0,025$ моль/дм³, израсходованный на титрование раствора сернокислого магния концентрации $0,025$ моль/дм³, см³.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор с массовой долей 28 % хранят в полиэтиленовой посуде.

Раствор индикатора кислотный хром темно-синий готовят следующим образом: 0,5000 г индикатора кислотного хрома темно-синего растворяют в 10 см³ аммиачно-буферного раствора и разбавляют этиловым спиртом до 100 см³.

Индикатор-флуорексон, сухая смесь, готовят следующим образом: 1 г флуорексона тщательно растирают в ступке с 99 г безводного хлористого калия. Индикаторную смесь рекомендуется хранить в склянке с притертой пробкой в темном месте.

Примечание — Вместо флуорексона в качестве индикатора разрешается использовать мурексид.

Индикатор-мурексид, сухая смесь, готовят следующим образом: 1 г мурексида тщательно растирают в ступке с 99 г хлористого калия. При арбитражной проверке в качестве индикатора используется флуорексон.

4.3.2.2 Проведение анализа

0,5 г известняковой (доломитовой) муки, высушенной до постоянной массы, взвешивают с погрешностью не более 0,0003 г, помещают в стакан вместимостью 200—250 см³, смачивают 10 см³ дистиллированной воды, прибавляют 30 см³ соляной кислоты и 20 см³ дистиллированной воды. Стакан закрывают часовым стеклом, нагревают до кипения и кипятят (не бурно) в течение 5 мин. После охлаждения содержимое стакана переливают в мерную колбу вместимостью 250 см³ (при этом часовое стекло и внутренние стенки стакана тщательно промывают дистиллированной водой), доливают водой до метки и хорошо перемешивают. После отстаивания раствора отбирают пипеткой 25 см³, переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 100 см³ дистиллированной воды и перемешивают. Затем добавляют 3 см³ триэаноламина, 20 см³ раствора гидроокиси калия и вновь перемешивают.

Через 1—2 мин добавляют на кончике шпателя индикаторную смесь и титруют раствором трилона Б до исчезновения флуоресценции при наблюдении на черном фоне (при использовании в качестве индикатора мурексида до перехода окраски из малиновой в устойчивую фиолетовую) (X_1).

Из этой же мерной колбы отбирают пипеткой 25 см³ раствора, переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 100 см³ дистиллированной воды, нагревают до 60—70 °С, затем добавляют 5—10 см³ аммиачно-буферного раствора, 5—7 капель индикатора кислотного хрома темно-синего и титруют раствором трилона Б при интенсивном взбалтывании до перехода окраски раствора от красной до сине-зеленой или синей (X_2).

4.3.2.3 Обработка результатов

Массовую долю карбоната калия (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot K \cdot 0,002502 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 25},$$

где V — объем раствора трилона Б концентрации 0,025 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

K — коэффициент поправки к титру раствора трилона Б концентрации 0,025 моль/дм³;

0,002502 — масса карбоната кальция, соответствующая 1 см³ раствора трилона Б концентрации 0,025 моль/дм³, г;

m — масса навески, г.

Массовую долю карбоната магния (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V_2 - V_1) \cdot K \cdot 0,002108 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 25},$$

где V_2 — объем раствора трилона Б концентрации 0,025 моль/дм³, израсходованный на титрование суммы карбоната кальция и магния, см³;

V_1 — объем раствора трилона Б концентрации 0,025 моль/дм³, израсходованный на титрование карбоната кальция, см³;

0,002108 — масса карбоната магния, соответствующая 1 см³ раствора трилона Б концентрации 0,025 моль/дм³, г;

K — коэффициент поправки к титру раствора трилона Б концентрации 0,025 моль/дм³;

m — масса навески, г.

4.3.3 Суммарную массовую долю карбонатов кальция и магния в процентах вычисляют по формуле

$$X = X_1 + X_2,$$

где X_1 — массовая доля карбоната кальция, %;

X_2 — массовая доля карбоната магния, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2 %.

4.4 Определение зернового состава

4.4.1 Аппаратура

Весы по ГОСТ 29329 среднего класса точности с погрешностью взвешивания $\pm 0,75$ г.

Шкаф сушильный.

Устройство для механического отсева на стандартном наборе сит.

Набор сит с круглыми штампованными отверстиями диаметром 10, 5, 3 и 1 мм.

Примечание — При отсутствии устройства для механического просеивания рассев допускается осуществлять вручную.

4.4.2 Проведение испытаний

100 г известняковой (доломитовой) муки, предварительно высушенной в сушильном шкафу в течение 2 ч при 200—250 °С, взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и просеивают сквозь сита с сетками 10, 5, 3 и 1 мм в течение 10 мин. Просеивание считают законченным, если при контрольном просеве в течение 1 мин сквозь каждое указанное сито проходит не более 0,1 г муки. Допускается в конце отсева применять мягкую кисточку, резиновую пробку или резиновый пестик для разрушения образовавшихся комочков.

Остатки на ситах взвешивают и вычисляют:

частный остаток на каждом сите (a_i) в процентах по формуле

$$a_i = \frac{m_i}{m} \cdot 100,$$

где m_i — масса остатка на сите, г;

m — масса просеиваемой навески, г;