



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ИЗВЕСТЬ СТРОИТЕЛЬНАЯ

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

ГОСТ 22688—77

Издание официальное

ВЗ 2—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**ИЗВЕСТЬ СТРОИТЕЛЬНАЯ**

Методы испытаний

**ГОСТ
22688—77**Lime for building purposes.
Test methods

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт распространяется на строительную известь и устанавливает методы ее испытаний.

Применение указанных методов испытаний предусматривается в стандартах и технических условиях, устанавливающих технические требования на строительную известь.

1. ОБЩИЕ УКАЗАНИЯ

1.1. При химическом анализе строительной извести должны применяться реактивы химически чистые и чистые для анализа (квалификации х.ч. и ч.д.а.), соответствующие действующим на них стандартам, дистиллированная вода по ГОСТ 6709 и беззольные фильтры.

1.2. Подготовка пробы комовой извести

Из пробы извести, отобранной в соответствии с ГОСТ 9179 и измельченной до размеров кусков не более 10 мм, квартованием отбирают 1 кг для определения содержания непогасившихся зерен и пробу массой около 500 г. Эту пробу измельчают до полного прохождения через сетку № 09 по ГОСТ 6613, тщательно перемешивают, затем квартованием отбирают около 150 г, растирают до полного прохождения через сетку № 008 по ГОСТ 6613, помещают в герметически закрытый сосуд и используют для проведения испытаний, предусмотренных стандартом.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1977
© ИПК Издательство стандартов, 1997

кран цилиндра и, изменяя высоту положения склянки с тубусом, уровень жидкости в цилиндре и бюретке устанавливают на отметке 20 мл. После этого кран цилиндра закрывают, а кран бюретки переводят в горизонтальное положение, перекрывая атмосферу от склянки с пробиркой и бюретки. Для соединения навески с кислотой склянку с пробиркой при открытом кране цилиндра наклоняют и встряхивают. В результате взаимодействия карбонатной составляющей пробы с соляной кислотой выделившийся CO_2 попадает в бюретку, вытесняя из нее жидкость в цилиндр и склянку с тубусом. Для охлаждения склянку с содержимым помещают в сосуд с водой, имеющей температуру воды в мантии бюретки. После стабилизации столба жидкости в бюретке, т. е. прекращения выделения CO_2 , кран цилиндра открывают и уравнивают жидкость в бюретке и цилиндре. При получении одинаковых уровней жидкости по разности уровней до и после реакции по шкале бюретки производят отсчет объема выделившегося CO_2 . Одновременно замеряют температуру воды в мантии бюретки (температура опыта) и атмосферное давление по барометру.

Содержание CO_2 в процентах вычисляют по формуле

$$\text{CO}_2 = \frac{C V (p - B) 100}{760 \cdot m \cdot 1000},$$

где V — объем выделившегося CO_2 , мл;

p — атмосферное давление по барометру, мм рт. ст.;

B — давление водяных паров при температуре опыта над насыщенным раствором NaCl , мм рт. ст. (см. приложение 1);

m — масса навески извести, г;

C — масса 1 мл CO_2 при температуре и атмосферном давлении опыта, мг (см. приложение 2).

2.5. Определение содержания непогасившихся зерен

В металлический сосуд цилиндрической формы вместимостью 8—10 л наливают 3,5—4 л нагретой до температуры 85—90 °С воды и всыпают 1 кг извести, непрерывно перемешивая содержимое до окончания интенсивного выделения пара (кипения). Полученное тесто закрывают крышкой и выдерживают 2 ч, затем разбавляют холодной водой до консистенции известкового молока и промывают на сите с сеткой № 063 слабой непрерывной струей, слегка растирая мягкие кусочки стеклянной палочкой с резиновым наконечником.

Остаток на сите высушивают при температуре 140—150 °С до постоянной массы. Содержание непогасившихся зерен *H. З.* в процентах вычисляют по формуле

$$H.З. = \frac{m \cdot 100}{1000},$$

где *m* — остаток на сите после высушивания, г.

2.6. Определение влажности гидратной извести

Массу навески 10 г помещают в предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный бюкс с крышкой и сушат в сушильном шкафу при температуре 105—110 °С. В сушильном шкафу должен быть бюкс с натронной известью для улавливания CO_2 воздуха. Во время сушки крышку бюкса приоткрывают. Через 2 ч бюкс плотно закрывают крышкой, извлекают из сушильного шкафа, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Высушивание повторяют до постоянной массы. Время контрольного высушивания 30 мин.

Влажность извести *W* в процентах вычисляют по формуле

$$W = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100,$$

где *m* — масса навески извести, г;

*m*₁ — масса навески извести после высушивания, г.

2.7. Определение степени дисперсности порошкообразной извести

Массу навески 50 г, предварительно высушенную при температуре 105—110 °С до постоянной массы, просеивают через сита с сетками № 02 и 008. Просеивание считают законченным, если при контрольном просеивании в течение 1 мин через указанные сита проходит не более 0,1 г извести. Степень дисперсности *С.Д.* в процентах вычисляют по формуле

$$С.Д. = \frac{m \cdot 100}{50},$$

где *m* — остаток на сите, г.

2.8. Определение предела прочности при изгибе и сжатии образцов из гидравлической извести

Предел прочности при изгибе и сжатии определяют на образцах-балочках по ГОСТ 310.1 и ГОСТ 310.4 со следующими изменениями. Одну часть гидравлической извести смешивают с тремя частями нормального песка, вливают воду в количестве около половины от общего объема, необходимого для получения раствора с расплывом конуса 110—115 мм. Перемешанную массу охлаждают до 25—30 °С, добавляют остальное количество воды до достижения раствором указанной консистенции, перемешивают в течение 2 мин и переносят в мешалку.

В ванне с гидравлическим затвором образцы, освобожденные от форм, выдерживают 5—6 сут над водой и 21 сут в воде.

2.9. Определение температуры и времени гашения извести

Для определения температуры и времени гашения извести используют бытовую термос-емкостью 500 мл.

Массу навески извести m в граммах рассчитывают по формуле

$$m = \frac{1000}{A},$$

где A — содержание активных окисей кальция и магния в извести, %.

Массу навески m помещают в термосную колбу, вливают 25 мл воды, имеющей температуру 20 °С, и быстро перемешивают деревянной отполированной палочкой. Колбу закрывают пробкой с плотно вставленным термометром на 100 °С и оставляют в покое. Ртутный шарик термометра должен быть полностью погружен в реагирующую смесь. Отсчет температуры реагирующей смеси ведут через каждую минуту, начиная с момента добавления воды. Определение считают законченным, если в течение 4 мин температура не повышается более чем на 1 °С.

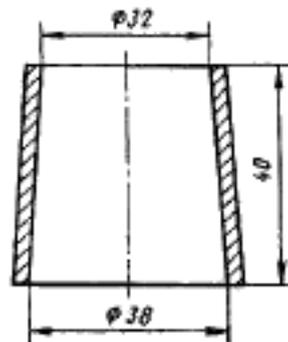
За время гашения принимают время с момента добавления воды до начала периода, когда рост температуры не превышает 0,25 °С в минуту.

2.10. Определение равномерности изменения объема извести

Равномерность изменения объема извести определяют по ГОСТ 310.3 со следующими изменениями. Образцы-лепешки готовят из смеси извести и портландцемента по ГОСТ 10178.

Массу навески извести 30—40 г затворяют водой до консистенции теста и охлаждают до температуры 25—30 °С, затем добавляют 30—

40 г цемента, доливают воду и перемешивают до образования теста нормальной густоты. За нормальную густоту теста принимают такую его консистенцию, при которой пестик прибора Вика, погруженный в кольцо, заполненное тестом, не доходит до пластины 7—11 мм. Форма и размеры кольца должны соответствовать указанным на черт. 2. Полученное тесто делят на две равные части для приготовления лепешек толщиной 0,7—0,8 см и диаметром 6—7 см.



Черт. 2

Лепешки выдерживают в ванне с гидравлическим затвором в течение (24 ± 2) ч. Затем вместе с пластиной переносят в бачок на решетку для пропаривания, расположенную на расстоянии не менее 3 см над уровнем воды.

Воду в бачке доводят до кипения, которое поддерживают в течение 2 ч.

Через час производят осмотр образцов. Если обнаруживают признаки неравномерности изменения объема, то испытание прекращают.

Известь считают соответствующей требованию равномерности изменения объема, если на поверхности лепешек не обнаружится радиальных трещин, доходящих до краев, или сетки мелких трещин, а также каких-либо искривлений, увеличения объема и образования непрочной рыхлой структуры лепешек.

2.11. Коэффициент вариации K в процентах рассчитывают по результатам испытаний извести, произведенной за квартал, по формуле

$$K = \frac{\sqrt{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}}{\frac{n-1}{\bar{X}}} \cdot 100,$$

где X_i — содержание активных CaO+MgO в извести отдельной (i -й) партии, %;

\bar{X} — среднее содержание активных CaO+MgO в извести за квартал, %;

n — количество партий извести, произведенной за квартал.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Обязательное

Давление водяных паров над насыщенным раствором NaCl в зависимости от температуры

Температура опыта, °С	Давление водяных паров над насыщенным раствором NaCl, мм рт. ст.	Температура опыта, °С	Давление водяных паров над насыщенным раствором NaCl, мм рт. ст.
10	6,9	20	13,2
11	7,4	21	14,1
12	7,9	22	15,0
13	8,5	23	15,9
14	9,1	24	16,9
15	9,7	25	17,9
16	10,3	26	19,0
17	11,0	27	20,2
18	11,7	28	21,4
19	12,4		

Масса 1 мл CO₂ в зависимости от температуры и атмосферного давления

Температура опыта, °С	Масса 1 мл CO ₂ , мг													
	Показатель барометра, мм рт. ст.													
	742	744,5	747	749	751	753,5	756	758	760	762,5	765	767	769	771
28	1,778	1,784	1,791	1,797	1,804	1,810	1,817	1,823	1,828	1,833	1,837	1,842	1,847	1,852
27	1,784	1,790	1,797	1,803	1,810	1,816	1,823	1,829	1,834	1,839	1,843	1,848	1,853	1,858
26	1,791	1,797	1,803	1,809	1,816	1,822	1,829	1,835	1,840	1,845	1,849	1,854	1,859	1,864
25	1,797	1,803	1,810	1,816	1,823	1,829	1,836	1,842	1,847	1,852	1,856	1,861	1,866	1,871
24	1,803	1,809	1,816	1,822	1,829	1,835	1,842	1,848	1,853	1,858	1,862	1,867	1,872	1,877
23	1,809	1,815	1,822	1,828	1,835	1,841	1,848	1,854	1,859	1,864	1,868	1,873	1,878	1,883
22	1,815	1,821	1,828	1,834	1,841	1,847	1,854	1,860	1,865	1,870	1,875	1,880	1,885	1,890
21	1,822	1,828	1,835	1,841	1,848	1,854	1,861	1,867	1,872	1,877	1,882	1,887	1,892	1,897
20	1,828	1,834	1,841	1,847	1,854	1,860	1,867	1,873	1,878	1,883	1,888	1,893	1,898	1,903
19	1,834	1,840	1,847	1,853	1,860	1,866	1,873	1,879	1,884	1,889	1,894	1,899	1,904	1,909

Температура опыта, °С	Масса 1 мл СО ₂ , мг													
	742	744,5	747	749	751	753,5	756	758	760	762,5	765	767	769	771
18	1,840	1,846	1,853	1,859	1,866	1,872	1,879	1,885	1,890	1,895	1,900	1,905	1,910	1,915
17	1,846	1,853	1,860	1,866	1,873	1,879	1,886	1,892	1,897	1,902	1,907	1,912	1,917	1,922
16	1,853	1,860	1,866	1,873	1,879	1,886	1,892	1,898	1,903	1,908	1,913	1,918	1,923	1,928
15	1,859	1,866	1,872	1,879	1,886	1,892	1,899	1,905	1,910	1,915	1,920	1,925	1,930	1,935
14	1,865	1,872	1,878	1,885	1,892	1,899	1,906	1,912	1,917	1,922	1,927	1,932	1,937	1,942
13	1,872	1,878	1,885	1,892	1,899	1,906	1,913	1,919	1,924	1,929	1,934	1,939	1,944	1,949
12	1,878	1,885	1,892	1,899	1,906	1,912	1,919	1,925	1,930	1,935	1,940	1,945	1,950	1,955
11	1,885	1,892	1,899	1,906	1,913	1,919	1,926	1,932	1,937	1,942	1,947	1,952	1,957	1,962
10	1,892	1,899	1,906	1,913	1,920	1,926	1,933	1,939	1,944	1,949	1,954	1,959	1,964	1,969

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН Государственным Всесоюзным научно-исследовательским институтом строительных материалов и конструкций (ВНИИСтром) им. П.П. Будникова Министерства промышленности строительных материалов СССР, Государственным научно-исследовательским и проектным институтом силикатного бетона автоклавного твердения (НИПИсиликатобетон) Министерства промышленности строительных материалов СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В.А. Соколовский (руководитель темы), Л.И. Сеткина,
Н.В. Петухова

ВНЕСЕН Министерством промышленности строительных материалов СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета Совета Министров СССР по делам строительства от 29.07.77 № 109
3. ВЗАМЕН ГОСТ 9179—70 в части методов испытаний
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	2.1.1	ГОСТ 5833—75	2.2.1
ГОСТ 310.1—76	2.8	ГОСТ 6613—86	1.2, 1.3
ГОСТ 310.3—76	2.10	ГОСТ 6709—72	1.1
ГОСТ 310.4—81	2.8	ГОСТ 9179—77	1.2, 1.3
ГОСТ 3118—77	2.1.1, 2.4	ГОСТ 10178—85	2.10
ГОСТ 3760—79	2.2.1	ГОСТ 10652—73	2.2.1
ГОСТ 4233—77	2.4	ГОСТ 17299—78	2.2.1
ГОСТ 4234—77	2.2.1	ТУ 6—09—5360—87	2.1.1, 2.2.1

5. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Май 1997 г.

Редактор *В.П. Огурцов*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.Н. Варенцова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 16.07.97. Подписано в печать 25.08.97.
Усл.печ.л. 1,16. Уч.-изд.л. 0,95. Тираж 60 экз. С820. Зак. 129

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов

1.3. Подготовка пробы порошкообразной извести

Для проведения химического анализа пробы, отобранной по ГОСТ 9179, последовательным квартованием отбирают пробу массой 40 г, растирают в ступке до полного прохождения через сетку № 008 по ГОСТ 6613 и помещают в герметически закрытый сосуд.

Степень дисперсности, влажность, температура и время гашения, прочность и равномерность изменения объема извести определяют непосредственно из пробы, отобранной по ГОСТ 9179.

1.4. Взвешивание навесок должно производиться:

- для химического анализа — на аналитических весах с точностью до $\pm 0,0002$ г;
- для прочих определений — на технических весах с точностью до $\pm 0,01$ г.

1.5. Титр раствора устанавливают по трем параллельным пробам и вычисляют как среднее арифметическое из получаемых результатов.

1.6. Допускаемые отклонения в результатах параллельных определений не должны превышать следующих величин, %:

- активная окись кальция $\pm 0,4$
- активная окись магния $\pm 0,3$
- CO_2 (весовой метод) $\pm 0,2$

Подсчет результатов анализа производят с точностью до 0,01 %.

1.7. Концентрацию разбавленных кислот в ряде случаев выражают как отношение объема кислоты к объему воды. Например, раствор соляной кислоты 1:3 означает, что один объем соляной кислоты плотностью 1,19 разбавлен тремя объемами воды.

2. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

2.1. Определение суммарного содержания активных окисей кальция и магния в кальцевой извести

2.1.1. Применяемые реактивы и растворы

Соляная кислота по ГОСТ 3118, 1 н раствор; готовят следующим образом: 85 мл соляной кислоты плотностью 1,19 разбавляют дистиллированной водой до 1 л и тщательно перемешивают. Титр 1 н раствора соляной кислоты устанавливают по углекислому безводному натрию (ГОСТ 83), предварительно высушенному при температуре 250—270 °С до постоянной массы в течение 1—1,5 ч.

Массу навески 1 г углекислого натрия помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл и растворяют дистиллированной водой до 80—100 мл. Полученный раствор титруют устанавливаемым 1 н раствором соляной кислоты в присутствии метилового оранжевого индикатора (0,1 %-ный раствор) до перехода желтой окраски раствора в оранжево-розовую.

Титр 1 н раствора соляной кислоты, выраженный в граммах СаО, ($T_{\text{СаО}}$) вычисляют по формуле

$$T_{\text{СаО}} = \frac{Q \cdot 0,02804}{V \cdot 0,053},$$

где Q — масса навески углекислого натрия, г;

0,02804 — количество окиси кальция, соответствующее 1 мл точно 1 н раствора соляной кислоты, г;

V — объем 1 н раствора соляной кислоты, пошедший на титрование, мл;

0,053 — количество натрия углекислого, соответствующее 1 мл точно 1 н раствора соляной кислоты, г.

Фенолфталеин (индикатор) по ТУ 6—09—5360, 1 %-ный спиртовой раствор.

2.1.2. Проведение анализа

Навеску массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, наливают 150 мл дистиллированной воды, добавляют 3—5 стеклянных бус или оплавленных стеклянных палочек длиной 5—7 мм, закрывают стеклянной воронкой или часовым стеклом и нагревают 5—7 мин до температуры кипения. Раствор охлаждают до температуры 20—30 °С, промывают стенки колбы и стеклянную воронку (или часовое стекло) кипяченой дистиллированной водой, добавляют 2—3 капли 1 %-ного спиртового раствора фенолфталеина и титруют при постоянном взбалтывании 1 н раствором соляной кислоты до полного обесцвечивания раствора. Титрование считают законченным, если в течение 8 мин при периодическом взбалтывании раствор останется бесцветным.

Титрование следует производить медленно, добавляя кислоту по каплям.

Содержание активных окисей кальция и магния A в процентах для негашеной извести вычисляют по формуле

$$A = \frac{V T_{\text{CaO}} \cdot 100}{Q},$$

где V — объем раствора 1 н соляной кислоты, пошедший на титрование, мл;

T_{CaO} — титр 1 н раствора соляной кислоты, выраженный в г CaO;

Q — масса навески извести, г.

Содержание активных окисей кальция и магния A в процентах для гидратной извести вычисляют по формуле

$$A = \frac{V T_{\text{CaO}} \cdot 100}{Q(100 - W)},$$

где W — влажность гидратной извести, определяемая по п. 2.6, %.

2.2. Определение суммарного содержания активных окисей кальция и магния в магнезиальной, доломитовой и гидравлической извести

2.2.1. Применяемые реактивы и растворы

Аммиачный буферный раствор; готовят следующим образом: 67,5 г хлористого аммония по ГОСТ 3773 растворяют в 200 мл дистиллированной воды, фильтруют, прибавляют 570 мл 25 %-ного раствора аммиака по ГОСТ 3760, доливают до 1 л водой и хорошо перемешивают.

Кислотный хром темно-синий (индикатор), 0,5 %-ный раствор; готовят следующим образом:

0,5 г индикатора хром темно-синего растворяют в 10 мл аммиачного буферного раствора и разбавляют до 100 мл синтетическим этиловым спиртом или техническим этиловым спиртом по ГОСТ 17299.

Трилон Б по ГОСТ 10652, 0,1 н раствор (двунариевая соль этилендиаминотетрауксусной кислоты); готовят следующим образом: 19 г трилона Б растворяют в мерной колбе в 300—400 мл дистиллированной воды при незначительном нагревании. Если раствор получится мутным, то его фильтруют, затем доливают до 1 л водой и хорошо перемешивают. Для установки титра трилона Б приливают из бюретки 20 мл 0,1 н титрованного раствора сернокислого магния, приготовленного из фиксанала, в коническую колбу вместимостью 250—300 мл, разбавляют раствор до 100 мл водой, нагревают до 60—70 °С, приливают 15 мл аммиачного буферного раствора и 5—7 капель кислотного хром темно-синего индикатора и титруют 0,1 н

раствором трилона Б при интенсивном помешивании до перехода красной окраски раствора в устойчивую сине-сиреневую или синюю с зеленоватым оттенком.

Титр 0,1 н раствора трилона Б T_{MgO} , выраженный в MgO, вычисляют по формуле

$$T_{\text{MgO}} = \frac{20 \cdot 0,002016}{V},$$

где V — объем 0,1 н раствора трилона Б, пошедший на титрование 20 мл 0,1 н раствора сернокислого магния, мл;

0,002016 — количество окиси магния, соответствующее 1 мл точно 0,1 н раствора трилона Б, г.

Гидрат окиси калия, 20 %-ный раствор, хранят в полиэтиленовой посуде.

Флуорексон (индикатор), сухая смесь; готовят следующим образом: 1 г флуорексона тщательно растирают в ступке с 99 г безводного хлористого калия по ГОСТ 4234. Индикаторную смесь хранят в посуде с притертой крышкой в темном месте.

Триэтаноламин по действующим нормативным документам, водный раствор 1:4.

Сахароза по ГОСТ 5833, 10 %-ный раствор.

Фенолфталеин (индикатор) по ТУ 6—09—5360, 1 %-ный спиртовой раствор.

Соляная кислота по ГОСТ 3118, 1 н титрованный раствор.

2.2.2. Проведение анализа

2.2.2.1. Определение содержания активной окиси кальция сахаратным способом

0,25 г извести помещают в коническую колбу вместимостью 500 мл, добавляют 50 мл раствора сахарозы и энергично взбалтывают в течение 15 мин.

Для улучшения перемешивания в колбу предварительно помещают 3—5 стеклянных бус или оплавленных стеклянных палочек длиной 5—7 мм. Затем прибавляют 2—3 капли фенолфталеина и титруют 1 н раствором соляной кислоты. Титрование производят по каплям до первого исчезновения розовой окраски. Количество активной окиси кальция A_1 в процентах вычисляют по формуле

$$A_1 = \frac{V T_{\text{CaO}} \cdot 100}{m},$$

где V — объем 1 н раствора соляной кислоты, пошедший на титрование, мл;

T_{CaO} — титр 1 н раствора соляной кислоты, выраженный в г CaO;
 m — масса навески извести, г.

2.2.2.2. Определение содержания активной окиси магния трилонометрическим методом

Массу навески извести 0,5 г помещают в стакан вместимостью 200—250 мл, смачивают ее водой и прибавляют 30 мл 1 н соляной кислоты. Стакан закрывают часовым стеклом и нагревают в течение 8—10 мин до температуры кипения, затем часовое стекло ополаскивают дистиллированной водой и после охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 250 мл, доливают дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. После отстаивания раствора отбирают пипеткой 50 мл, переносят в коническую колбу вместимостью 250 мл и добавляют 50 мл дистиллированной воды, 5—10 мл аммиачного буферного раствора, 5—7 капель кислотного хром темно-синего индикатора и титруют при сильном взбалтывании 0,1 н раствором трилона Б до перехода красной окраски раствора в сине-зеленую или синюю.

По окончании титрования отмечают объем V_1 израсходованного трилона Б в миллилитрах.

Из этой же мерной колбы отбирают 50 мл раствора в коническую колбу вместимостью 250 мл, приливают 100 мл дистиллированной воды и перемешивают. Затем добавляют 3 мл триэтанолamina, 25 мл 20 %-ного раствора едкого калия и вновь перемешивают. Через 1—2 мин добавляют на кончике шпателя флуорексон и титруют раствором трилона Б до перехода флуоресцирующей розово-зеленой окраски раствора в устойчивую розовую при наблюдении на черном фоне. Отмечают объем V_2 израсходованного раствора трилона Б в миллилитрах.

Содержание активной окиси магния A_2 в процентах вычисляют по формуле

$$A_2 = \frac{(V_1 - V_2) T_{\text{MgO}} \cdot 5 \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем 0,1 н раствора трилона Б, пошедший на титрование CaO+MgO, мл;

V_2 — объем 0,1 н раствора трилона Б, пошедший на титрование СаО, мл;

T_{MgO} — титр 0,1 н раствора трилона Б, выраженный в г MgO;

S — коэффициент, учитывающий определение MgO в aliquотной части раствора;

m — масса навески извести, г.

Содержание активных окисей кальция и магния A в процентах определяется суммой величин $A_1 + A_2$.

2.3. Определение содержания гидратной воды и CO_2 в извести весовым методом

2.3.1. *Определение содержания гидратной воды*

В предварительно прокаленный и взвешенный платиновый или фарфоровый тигель отвешивают около 1 г извести и помещают на 2 ч в муфельную печь, нагретую до температуры $(520 \pm 10)^\circ\text{C}$. Тигель с навеской охлаждают в герметически закрытом эксикаторе в присутствии влагопоглощающего вещества, а затем взвешивают.

Пробу гидратной извести предварительно высушивают при температуре $105\text{--}110^\circ\text{C}$.

Содержание гидратной воды W в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — разность в массе тигля с навеской до и после прокаливания, г;

m — масса навески извести, г.

2.3.2. *Определение содержания CO_2*

Тигель с навеской извести, прокаленной при температуре $(520 \pm 10)^\circ\text{C}$ (п. 2.3.1), помещают на 1 ч в муфельную печь, нагретую до температуры $(975 \pm 25)^\circ\text{C}$. После охлаждения тигля с навеской в эксикаторе производят взвешивание.

Содержание CO_2 в процентах вычисляют по формуле

$$\text{CO}_2 = \frac{m_2 - m_3}{m} \cdot 100,$$

где m — масса навески извести, г (п. 2.3.1);

m_2 — масса навески после прокаливания при 520°C , г;

m_3 — масса навески после прокаливания при 975°C , г.

2.4. Определение содержания CO_2 в извести на кальциметре газообъемным методом (экспресс-метод)

Газообъемный метод основан на измерении выделившегося углекислого газа в результате воздействия соляной кислоты на карбонаты кальция и магния.

Кальциметр изготавливают в соответствии с требованиями действующих нормативных документов (черт. 1).

Применяемые реактивы и растворы

Соляная кислота по ГОСТ 3118, плотность 1,19 и раствор ее 1:1.

Хлористый натрий по ГОСТ 4233, насыщенный водный раствор; готовят следующим образом: 400 г хлористого натрия растворяют в 1 л дистиллированной воды.

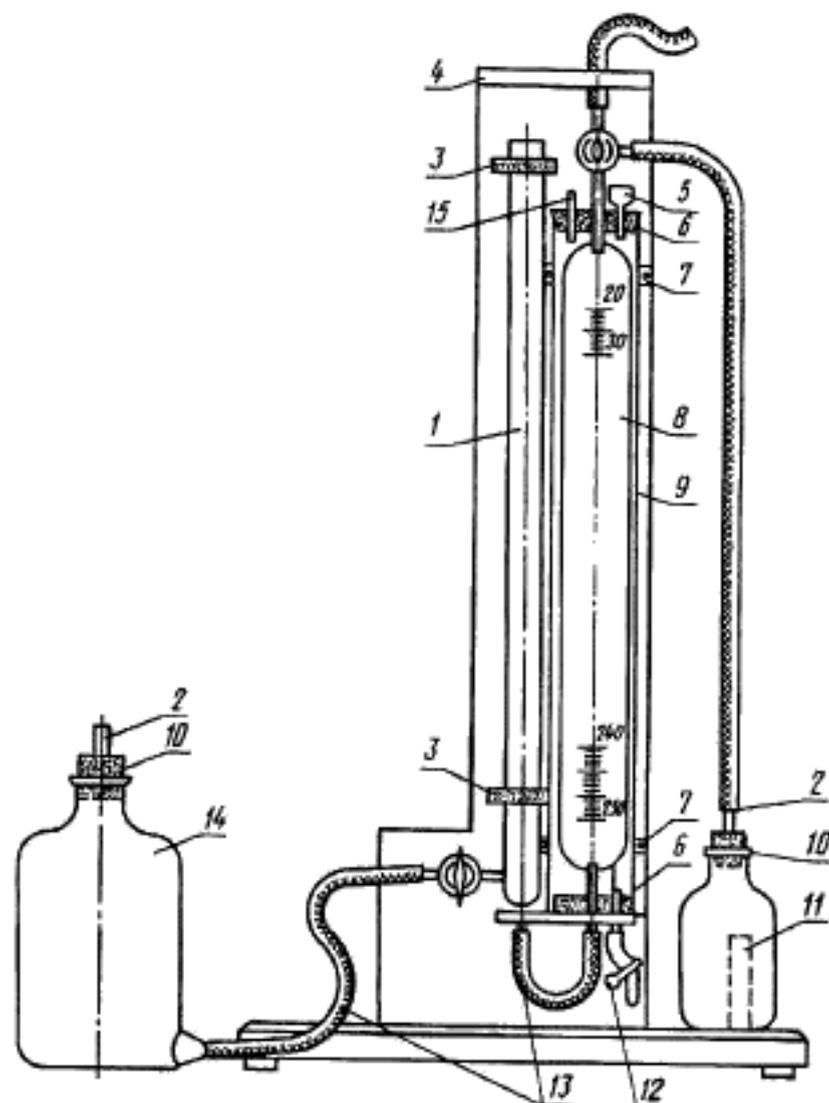
2.4.1. *Определение герметичности прибора*

Проверку прибора на герметичность проводят следующим образом. Слянку с пробиркой 11 закрывают пробкой 10, соединенной резиновой трубкой с бюреткой 8. Кран цилиндра 1 открывают, а кран бюретки переводят в вертикальное положение, соединяя бюретку и слянку с пробиркой с атмосферой. В мантию 9 бюретки наливают воду, а в слянку с тубусом 14 — подкрашенный насыщенный водный раствор хлористого натрия. Путем вертикального перемещения слянки с тубусом доводят уровень жидкости в бюретке до нулевой отметки, кран бюретки устанавливают в горизонтальном положении, перекрывая выход в атмосферу и соединяя бюретку и слянку с пробиркой. Затем уровень жидкости в цилиндре при помощи слянки с тубусом доводят до отметки 120—130 мл (по шкале бюретки), закрывают кран цилиндра и оставляют прибор в таком состоянии на несколько часов. Если уровень жидкости в бюретке изменяется, то необходимо проверить на герметичность все соединительные части: трубки, краны, пробки.

2.4.2. *Проведение анализа*

Массу навески около 1 г помещают в слянку с пробиркой, добавляют 3—5 стеклянных бус и оплавленных стеклянных палочек длиной 5—7 мм и при помощи воронки в пробирку наливают около 10 мл раствора соляной кислоты 1:1. Слянку с пробиркой закрывают пробкой, соединенной резиновой трубкой с бюреткой. Во время проведения опыта слянку с пробиркой необходимо брать только за горлышко. Кран бюретки устанавливают в вертикальное положение, соединяя бюретку и слянку с пробиркой с атмосферой. Открывают

Кальциметр



1 — цилиндр с краном; 2 — отводная трубка; 3 — клеммы для цилиндра; 4 — подставка; 5 — воронка; 6 — резиновая пробка к мантgie; 7 — клемма для мантgie; 8 — бюретка с краном; 9 — мантgie; 10 — резиновая пробка № 20—22; 11 — склянка с пробиркой; 12 — пружинный зажим; 13 — соединительная резиновая трубка; 14 — склянка с тубусом; 15 — отверстие для термометра

Черт. 1