

**ИЗМЕНЕНИЕ № 3 ГОСТ 7759—73 Магний хлористый технический (бишофит).
Технические условия**

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.03.88 № 498

Дата введения 01.08.88

Вводная часть. Исключить четвертый абзац.
Пункт 1.2. Таблицу изложить в новой редакции:

Наименование показателя	Норма
1. Внешний вид	Чешуйки от белого до светло-серого цвета с отенками от желтоватого до светло-коричневого
2. Массовая доля ионов магния (Mg^{2+}), %, не менее	11,8
в том числе на $MgCl_2 \cdot 6H_2O$, %, не менее	97
3. Массовая доля сульфат-ионов (SO_4) ²⁻ , %, не более	1,1
4. Массовая доля ионов щелочных металлов ($Na^+ + K^+$), %, не более	0,8
5. Массовая доля нерастворимого в воде остатка, %, не более	0,2

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.3а (после п. 3.3):

«3.3а. Для проведения анализа и приготовления растворов применяют реактивы квалификации х. ч. или ч. д. а. Допускается применять посуду, в том числе импортную, реактивы и средства измерения с техническими характеристиками не ниже отечественных».

Пункт 3.5.1 изложить в новой редакции:

«3.5.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*
 весы лабораторные по ГОСТ 24104—80 2-го и 3-го классов точности;
 гири Г-2—210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328—82;
 колбы мерные 1—500—2 и 1—1000—2 по ГОСТ 1770—74;
 пипетка 2—2—10 по ГОСТ 20292—74;
 колба Кн 1(2)—250 ТС по ГОСТ 25336—82;
 цилиндры мерные 1—10,1—100,1—1000 по ГОСТ 1770—74;
 стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336—82;
 бюретка 3—2—50—01 по ГОСТ 20292—74;
 калий хлористый по ГОСТ 4234—77;
 натрий хлористый по ГОСТ 4233—77;
 аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72;
 аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор с массовой долей 25 %;
 вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;
 эриохром черный Т (хромоген черный ЕТ-00), индикаторная смесь; готовят следующим образом: 0,25 г индикатора растирают в ступке с 25 г хлористого натрия или хлористого калия;

аммиачный буферный раствор; готовят следующим образом: 67 г хлористого аммония растворяют в воде, прибавляют 570 см³ 25 %-ного водного раствора аммиака, объем раствора доводят водой до 1000 см³ и перемешивают;

С. 2 ИЗМЕНЕНИЕ № 3 ГОСТ 7759—73

этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты динатриевая соль, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) = = 0,025 моль/дм³; готовят следующим образом: 9,31 г трилона Б растворяют в воде и фильтруют, если раствор мутный. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят объем раствора водой до метки, тщательно перемешивают.

Титр (коэффициент молярности) трилона Б (t) устанавливают по раствору соли цинка — по ГОСТ 10398—76, отбирая 10 см³ раствора c (Zn)²⁺ = = 0,05 моль/см³.

Титр раствора трилона Б вычисляют по формуле

$$t = \frac{10 \cdot 2}{V},$$

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

Пункты 3.5.2 и 3.5.3 изложить в новой редакции:

«3.5.2. Проведение анализа

В стаканчике для взвешивания взвешивают от 10,0 до 10,2 г раствора средней пробы хлористого магния (результат в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают. Пипеткой отбирают 10 см³ раствора в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 100 см³ воды, 10 см³ буферного раствора, на кончике шпателя индикаторную смесь от 0,10 до 0,15 г и титруют медленно, по каплям, при постоянном перемешивании, раствором трилона Б до перехода окраски раствора в синий цвет.

3.5.3. Обработка результатов

Массовую долю ионов магния (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{2 \cdot V \cdot t \cdot 0,0006078 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 10},$$

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

t — титр раствора трилона Б молярной концентрации 0,025 моль/дм³;

0,0006078 — масса магния в граммах, соответствующая 1 см³ раствора трилона Б молярной концентрации точно 0,025 моль/дм³, г/см³;

m — масса навески раствора хлористого магния, г.

Массовую долю ионов магния в пересчете на $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = (X - X_2 \cdot 0,2531) \cdot 8,3625,$$

где X — массовая доля ионов магния, %;

X_2 — массовая доля сульфат-иона, определенная в соответствии с п. 3.7.3, %;

0,2531 — коэффициент пересчета массы сульфат-иона на магний-ион;

8,3625 — коэффициент пересчета массы ионов магния на $MgCl_2 \cdot 6H_2O$.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допустимого расхождения, равного 0,3 %, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Пункт 3.6 исключить.

Пункт 3.7.1 изложить в новой редакции:

«3.7.1. Аппаратура, реактивы и растворы

весы лабораторные по ГОСТ 24104—80 2-го и 3-го классов точности;

гири Г-2—210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328—82;

стакан Н-1—400 ТС по ГОСТ 25336—82;

пипетка 2—2—100 по ГОСТ 20292—74;

цилиндр мерный 1—10 по ГОСТ 1770—74;

тигли низкие 4 и 5 по ГОСТ 9147—80;

эксикатор по ГОСТ 25336—82;

фильтр обеззоленный «синяя лента»,
 электропечь муфельная, обеспечивающая температуру нагрева 950—1000 °С,
 силикагель технический по ГОСТ 3956—76, высушенный при 150—180 °С;
 кислота соляная по ГОСТ 3118—77,
 вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72,
 барий хлористый по ГОСТ 4108—72, раствор с массовой долей 10 %,
 серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой долей 1 %».

Пункты 3 7 2 и 3 7 3 изложить в новой редакции

3 7 2 Проведение анализа

200 см³ раствора хлористого магния, приготовленного в соответствии с п 3 5 2 (отбирают дважды пипеткой вместимостью 100 см³), помещают в стакан вместимостью 400 см³, добавляют 2 см³ соляной кислоты, нагревают до кипения, затем при перемешивании медленно, по каплям, прибавляют 10 см³ нагретого до кипения раствора хлористого бария. Осадок отстаивают на кипящей водяной бане в течение не менее 2 ч, фильтруют через плотный обеззоленный фильтр, промывают нагретой до кипения водой до исчезновения реакции на хлор-ион (проба с раствором азотнокислого серебра). Фильтр с осадком высушивают, осторожно без воспламенения озоляют в предварительно прокаленном и взвешенном тигле, прокаливают при 800—900 °С до постоянной массы и после охлаждения в эксикаторе взвешивают (результат в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака)

3 7 3 Обработка результатов

Массовую долю сульфат ионов (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{2 m_1 0,4115 500 100}{m 200} ,$$

где m_1 — масса осадка серноокислого бария, г,

0,4115 — коэффициент пересчета массы BaSO₄ на SO₄²⁻,

m — масса навески раствора хлористого магния, г

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допустимого расхождения, равного 0,14 %, при доверительной вероятности $P=0,95$

Пункт 3 8 1 Наименование изложить в новой редакции

«3 8 1 *Аппаратура, реактивы и растворы*,

дополнить абзацами (перед первым)

«Колба мерная 1—100—2, 1—250—2, 1—500—2 по ГОСТ 1770—74,

бюретка 3—2—10—01 по ГОСТ 20292—74»

Пункт 3 8 4 дополнить абзацами

«Допускается определять массовую долю ионов щелочных металлов с использованием спектрофотометра для пламени. Методика определения приведена в обязательном приложении

При разногласиях в оценке массовой доли ионов щелочных металлов определение проводят по методике, изложенной в п 3 8»

Пункт 3 9 1 Наименование изложить в новой редакции:

3 9 1 *Аппаратура, реактивы и растворы*;

дополнить абзацами (перед первым)

весы лабораторные по ГОСТ 24104—80 2-го и 3-го классов точности;

гири Г-2—210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328—82,

стакан Н 1—250 ТС по ГОСТ 25336—82,

цилиндр 1—100 по ГОСТ 1770—74,

эксикатор по ГОСТ 25336—82,

шкаф сушильный, позволяющий регулировать температуру в диапазоне 80—200 °С,

фильтр обеззоленный «белая лента» диаметром 7 см,

силикагель технический по ГОСТ 3956—76, высушенный при 150—180 °С,

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72,

С. 4 ИЗМЕНЕНИЕ № 3 ГОСТ 7759—73

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой долей 1 %»

Пункт 3 9 2 изложить в новой редакции

«3 9 2 Проведение анализа

От 40 до 45 г взмученного раствора средней пробы хлористого магния взвешивают (результат в граммах записывают с точностью до первого десятичного знака), переносят в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 80 см³ нагретой до кипения воды

Раствор фильтруют через фильтр, предварительно высушенный при 105—110 °С до постоянной массы. Остаток на фильтре промывают водой, нагретой до кипения, до исчезновения реакции на хлор-ион (проба с раствором азотнокислого серебра), высушивают в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы и после охлаждения в эксикаторе взвешивают (результаты в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака)»

Пункт 3 9 3 Последний абзац изложить в новой редакции:

«За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допустимого расхождения, равного 0,08 %, при доверительной вероятности $P=0,95$ »

Раздел 4 изложить в новой редакции

«4 УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4 1 Технический хлористый магний (бишофит) упаковывают в специализированные мягкие контейнеры разовые, оборотные и многооборотные типов МКР-1,0С, МКО-1,0С, МКР-1,0М; МК-1,0Л; МК-1,5Л или в полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811—78, вложенные в льно-джуто-кенафные мешки по ГОСТ 8516—78 4—5 категории

Полиэтиленовые мешки заваривают, а льно-джуто-кенафные прошивают машинным способом. Масса нетто (30 ± 1) кг

4 2 Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77 с нанесением на мешки манипуляционного знака «Бойтесь сырости», а также знака опасности по ГОСТ 19433—81 (класс 9, подкласс 9 2, категория 922)

Кроме того, на транспортную тару наносят данные, характеризующие продукцию

наименование продукта,
номер партии,
дату изготовления,
массу брутто и нетто,
обозначение настоящего стандарта

4 3 Хлористый магний транспортируют повагонными отправками транспортом всех видов в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида. Продукт, упакованный в специализированные мягкие контейнеры, по железной дороге транспортируют в открытом подвижном составе. Контейнеры типа МКР должны транспортироваться без перевалок в пути следования с погрузкой и выгрузкой на подъездных путях предприятий. Размещение и крепление контейнеров на открытом подвижном составе проводят в соответствии с техническими условиями погрузки и крепления грузов, утвержденными МПС

Продукт, упакованный в мешки, транспортируют пакетами по ГОСТ 21929—76, средства крепления — по ГОСТ 21650—76. Габаритные размеры и масса брутто транспортного пакета должны соответствовать ГОСТ 24597—81

4 4 Технический хлористый магний, упакованный в мешки, должен храниться в закрытых складских помещениях, упакованный в контейнеры, — на контейнерных площадках»

Стандарт дополнить приложением

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ИОНОВ ЩЕЛОЧНЫХ МЕТАЛЛОВ

1. Аппаратура, реактивы и растворы
800 спектрофотометр для пламени, работающий в диапазоне длин волн от 200 до нм;

пропан-бутан (бытовой в баллоне) или газ из городской сети;

компрессор любого типа для воздуха;

колба мерная 1—100—2; 1—250—2; 1—500—2 по ГОСТ 1770—74;

бюретка 3—2—10—0,1 по ГОСТ 20292—74;

магний хлористый по ГОСТ 4209—77, раствор с массовой долей 5 %.

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77;

магний сернокислый по ГОСТ 4523—77, раствор с массовой долей 1 %;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Все растворы и воду, применяемую для их приготовления, хранят в полиэтиленовой посуде.

2. Приготовление образцовых растворов

Образцовые растворы, содержащие по 1 мг/см³ натрия и калия каждый, готовят по ГОСТ 4212—76. Раствор А, содержащий по 0,1 мг/см³ натрия и калия, готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 250 см³ помещают по 25 см³ растворов натрия и калия, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают.

Растворы сравнения массовой концентрации натрия и калия 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 6,0; 8,0; 10,0 мг/дм³ готовят следующим образом: в восемь мерных колб вместимостью 100 см³ помещают с помощью бюреток по 1,0 см³ раствора хлористого магния, по 0,2 см³ раствора сернокислого магния, добавляют раствор А в следующих объемах: 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 6,0; 8,0; 10,0 см³, затем доводят объем растворов сравнения до метки водой и тщательно перемешивают. В первой колбе контрольный (фоновый) раствор без определяемых элементов.

3. Проведение анализа

10 см³ раствора хлористого магния, приготовленного в соответствии с п. 3.5.2, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора до метки водой и тщательно перемешивают.

Подготовку к определению массовой доли натрия и калия проводят согласно инструкции к прибору. При проведении анализа необходимо соблюдать правила безопасности, установленные для работы с горючими газами.

Определение проводят при длинах волн для Na—589,0 нм, для K—766,9 нм с использованием пламени пропан-бутан-воздух. Нулевую линию прибора устанавливают по воде. Определение проводят по градуировочному графику (способ 1) и с применением ограничивающих растворов (способ 2).

Определение массовой доли ионов щелочных металлов по способу 1

После подготовки прибора проводят фотометрирование воды, применяемой для приготовления контрольного (фонового) раствора, анализируемого и растворов сравнения в порядке возрастания массовой концентрации щелочных металлов.

После этого проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с растворов максимальной массовой концентрации щелочных металлов, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании контрольного раствора.

Каждый раствор измеряют трижды и вычисляют среднее значение интенсивности излучения для каждого. После каждого измерения распыляют воду. По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая на оси ординат показания регистрирующего устройства прибора, а

С. 6 ИЗМЕНЕНИЕ № 3 ГОСТ 7759—73

на оси абсцисс — массовую концентрацию ионов натрия и калия в миллиграммах на кубический дециметр.

Определение массовой доли ионов щелочных металлов по способу 2

Выбирают два раствора сравнения с минимальной и максимальной массовой долей определяемого компонента по сравнению с анализируемым раствором. Концентрация компонента трех растворов должна быть одного порядка. Затем поочередно при одинаковых условиях фотометрируют анализируемый раствор и растворы сравнения, регистрируя величину сигнала, учитывая поправку на величину сигнала, полученного при фотометрировании контрольного раствора.

4. Обработка результатов

При определении массовой доли ионов щелочных металлов по способу 1 массовые доли натрия и калия находят по градуировочному графику.

Массовую долю ионов щелочных металлов (Na^+ или K^+) (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{2 \cdot c \cdot 500 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 1000 \cdot 1000 \cdot 10} = \frac{c}{m},$$

где c — массовая концентрация Na^+ или K^+ в анализируемой пробе, найденная по градуировочному графику, мг/дм³;

m — масса навески, г.

При определении массовой доли ионов щелочных металлов по способу 2 массовую долю натрия и калия вычисляют по формуле

$$X_3 = \left[c_1 + \frac{(c_2 - c_1) \cdot (A - A_1)}{A_2 - A_1} \right] \cdot \frac{1}{m},$$

где c_1 — массовая концентрация натрия или калия в растворе сравнения с меньшей концентрацией, мг/дм³;

c_2 — массовая концентрация натрия или калия в растворе сравнения с большей концентрацией, мг/дм³;

A — показания регистрирующего устройства прибора при измерении анализируемого раствора;

A_1 — показания регистрирующего устройства прибора при измерении растворов сравнения с меньшей концентрацией натрия или калия;

A_2 — показания регистрирующего устройства прибора при измерении растворов сравнения с большей концентрацией натрия или калия;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допустимого расхождения, равного 15 %, при доверительной вероятности $P=0,95$.