

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ****ЦЕМЕНТЫ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МИНЕРАЛЬНЫХ ДОБАВОК****ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
ПО СТРОИТЕЛЬСТВУ И ЖИЛИЩНО-КОММУНАЛЬНОМУ КОМПЛЕКСУ  
(ГОССТРОЙ РОССИИ)**

Москва

**Предисловие**

1 РАЗРАБОТАН ОАО «НИИЦЕМЕНТ», фирмой «Цемискон»

ВНЕСЕН Управлением стандартизации, технического нормирования и сертификации Госстроя России

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстроя России от 28 июня 2001 г. № 66

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

**СОДЕРЖАНИЕ**

1 Область применения .....	2
2 Нормативные ссылки .....	2
3 Определения.....	2
4 Общие положения .....	2
5 Методы определения содержания добавок при наличии основных компонентов цемента .....	4
5.1 Определение содержания добавки по нерастворимому остатку .....	4
5.2 Определение содержания добавки по кислотной растворимости .....	4
5.3 Определение содержания добавки по восстановительной величине.....	5
5.4 Определение содержания добавки по элементам-индикаторам.....	7
5.4.1 Определение содержания добавки по потере массы при прокаливании, оксидам кремния, кальция, магния, железа (II), (III) и алюминия .....	7
5.4.2. Определение содержания добавки по сульфидной сере.....	7
5.4.3 Определение содержания добавки по оксиду железа (II) в растворимой в соляной кислоте части цемента.....	8
5.4.4 Определение содержания добавки по оксиду железа (II) в нерастворимой в соляной кислоте части цемента.....	9
5.5 Рентгенодифрактометрический метод .....	10
6 Определение содержания добавки рентгенодифрактометрическим методом при отсутствии основных компонентов цемента .....	11
Приложение А Перечень нормативных документов, ссылки на которые использованы в настоящем стандарте .....	12
Приложение Б Специфические характеристики добавок.....	13
Приложение В Рентгеновские дифракционные максимумы фаз основных компонентов цемента.....	14

# Методы определения содержания минеральных добавок

## CEMENTS

### Methods for determination of content of mineral additives

---

Дата введения 2002-01-01

#### 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на цементы с минеральными добавками (далее - добавки) и устанавливает методы и нормы точности определения содержания добавок в цементе.

Методы определения содержания добавок, изложенные в [разделе 5](#) настоящего стандарта, применяют только при наличии основных компонентов цемента.

Допускается применение других методов определения содержания добавок в цементе, аттестованных в установленном порядке и обеспечивающих выполнение норм точности в соответствии с настоящим стандартом, при этом в качестве поверочных (арбитражных) следует применять методы, установленные настоящим стандартом, кроме рентгенодифрактометрического и рентгеноспектрального.

#### 2 Нормативные ссылки

Перечень нормативных документов, ссылки на которые использованы в настоящем стандарте, приведен в [приложении А](#).

#### 3 Определения

В настоящем стандарте применены термины по [ГОСТ 30515](#) и [ГОСТ 5382](#), а также следующий термин с соответствующим определением.

**Специфическая характеристика материала** - химический или физико-химический параметр, имеющий существенно различные значения для клинкера, гипса и добавки и определяемый количественно: нерастворимый в соляной кислоте остаток, восстановительная величина, кислотная растворимость, оксид элемента и потеря массы при прокаливании (далее - элементы-индикаторы), интенсивность рентгеновского дифракционного максимума и др.

#### 4 Общие положения

4.1 Методы определения содержания добавок в цементе основаны на различии значений специфических характеристик клинкера, добавки и гипса. Метод определения содержания добавки в цементе выбирают исходя из ее конкретной специфической характеристики в соответствии с [приложением Б](#).

4.2 Общие требования при определении содержания добавок в цементе - в соответствии с [ГОСТ 5382](#) (раздел 1) и настоящим стандартом.

4.3 Отбор проб цемента и основных его компонентов осуществляют по [ГОСТ 30515](#) и технологической документации предприятия-изготовителя.

4.4 Применяемые стандартизованные средства измерения должны быть поверены и аттестованы в соответствии с [ГОСТ 8.326](#), ГОСТ 8.513.

4.5 Для проведения анализа применяют мерную посуду не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29227, ГОСТ 29228, ГОСТ 29251 и ГОСТ 29252.

4.6 Горячая вода или горячий раствор, применяемые при химическом анализе, должны иметь температуру от 60 до 80 °С, теплая вода или теплый раствор - от 40 до 50 °С.

4.7 В качестве норм точности определения содержания добавок в цементе используют ошибки повторяемости, воспроизводимости и допустимое расхождение между результатами параллельных определений, величины которых при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать значений, указанных в [таблице 1](#).

Т а б л и ц а 1

В процентах

Содержание добавки в цементе	Ошибка повторяемости	Ошибка воспроизводимости	Допустимое расхождение между результатами параллельных определений
При наличии основных компонентов цемента			
До 10 включ.	1	2	1,5
Св. 10 до 30 включ.	2	4	3,0
Св. 30	3	6	4,0
При отсутствии основных компонентов цемента			
От 10 и более	4	8	6,0

4.8 Содержание гипса в цементе  $X_{\Gamma}$ , %, вычисляют по формуле

$$X_{\Gamma} = \left( X_{\text{SO}_3}^{\text{II}} - \frac{X_{\text{кл}} X_{\text{SO}_3}^{\text{кл}}}{100} \right) K, \quad (1)$$

где  $X_{\text{SO}_3}^{\text{кл}}$  и  $X_{\text{SO}_3}^{\text{II}}$  - массовая доля оксида серы (VI)  $\text{SO}_3$  соответственно в клинкере и цементе, определяемая по [ГОСТ 5382](#), %;

$X_{\text{кл}}$  - содержание клинкера в цементе, принимаемое в соответствии с технологическим регламентом предприятия-изготовителя, %;

$K$  - коэффициент пересчета массовой доли оксида серы (VI)  $\text{SO}_3$  в цементе на содержание гипса, вычисляемый по формуле

$$K = \frac{100}{X_{\text{SO}_3}^{\Gamma}}, \quad (2)$$

где  $X_{\text{SO}_3}^{\Gamma}$  - массовая доля оксида серы (VI) 80 в гипсе, определяемая по [ГОСТ 5382](#), %.

4.9 Содержание добавки в цементе  $X_{\text{д}}$ , %, вычисляют по формуле

$$X_{\text{д}} = \frac{100(CX_{\text{ц}} - CX_{\text{кл}}) - X_{\Gamma}(CX_{\Gamma} - CX_{\text{кл}})}{CX_{\text{д}} - CX_{\text{кл}}}, \quad (3)$$

где  $CX_{\text{ц}}$ ,  $CX_{\text{кл}}$ ,  $CX_{\Gamma}$  и  $CX_{\text{д}}$ , - величина специфической характеристики соответственно цемента, клинкера, гипса и добавки;

$X_{\Gamma}$  - содержание гипса в цементе, вычисленное по [формуле \(1\)](#), %.

При наличии в цементе двух добавок содержание одной из добавок определяют по ее специфической характеристике и вычисляют по [формуле \(3\)](#). При этом отношение величин данной специфической характеристики клинкера и второй добавки должно находиться в пределах от 0,6 до 1,4. Содержание второй добавки  $X_{\text{д}_2}$ , %, определяют по специфической характеристике, присущей обеим добавкам, и вычисляют по формуле

$$X_{\text{д}_2} = \frac{100(CX_{\text{ц}} - CX_{\text{кл}}) - X_{\text{д}_1}(CX_{\text{д}_1} - CX_{\text{кл}}) - X_{\Gamma}(CX_{\Gamma} - CX_{\text{кл}})}{CX_{\text{д}_2} - CX_{\text{кл}}}, \quad (4)$$

где  $CX_{\text{д}_1}$  - величина специфической характеристики первой добавки;

$CX_{\text{д}_2}$  - величина специфической характеристики второй добавки;

$X_{\text{д}}$  - содержание первой добавки, вычисленное по [формуле \(3\)](#), %.

Содержание добавки в цементе  $X_{\text{д}}$ , %, определяемое по специфической характеристике, отсутствующей у гипса и клинкера, вычисляют по формуле

$$X_d = \frac{CX_{ц}}{CX_d} 100. \quad (5)$$

4.10 Требования безопасности при проведении испытаний - по [ГОСТ 5382](#) (раздел 2).

## **5 Методы определения содержания добавок при наличии основных компонентов цемента**

### **5.1 Определение содержания добавки по нерастворимому остатку**

Метод основан на различии массы нерастворимого в соляной кислоте остатка цемента и добавки.

#### **5.1.1 Средства контроля**

Весы лабораторные общего назначения.

Печь муфельная.

Баня водяная.

Плитка электрическая.

Посуда лабораторная.

Тигли платиновые или фарфоровые.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1 : 9.

Бумага индикаторная универсальная.

#### **5.1.2 Порядок проведения анализа**

Навески цемента и добавки массой 1 г каждая помещают в стаканы вместимостью 150 см<sup>3</sup>, приливают при помешивании 25 см<sup>3</sup> воды и 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Навески тщательно растирают плоским концом стеклянной палочки, растворы разбавляют водой до объема 50 см<sup>3</sup> каждый, накрывают стаканы часовыми стеклами, помещают на кипящую водяную баню и выдерживают 15 мин. Затем стаканы снимают, дают раствору отстояться и фильтруют раствор через фильтр «белая лента», добиваясь полного переноса осадка на фильтр. Осадки промывают горячей водой до нейтральной реакции по индикаторной бумаге, вместе с фильтром помещают в платиновые или фарфоровые тигли, подсушивают на электрической плитке и прокаливают в муфельной печи при температуре от 950 до 1000 °С до постоянной массы.

#### **5.1.3 Обработка результатов**

Массовую долю нерастворимого остатка  $X_{н.о.}$ , %, в растворах цемента и добавки вычисляют по формуле

$$X_{н.о.} = \frac{(m_2 - m_1)}{m} 100, \quad (6)$$

где  $m_1$  - масса пустого тигля, г;

$m_2$  - масса тигля с прокаленным осадком раствора цемента (добавки), г;

$m$  - масса навески цемента (добавки), г.

Содержание добавки в цементе вычисляют по [формуле \(5\)](#), где  $X_{н.о.}$  - величина специфической характеристики цемента и добавки.

## **5.2 Определение содержания добавки по кислотной растворимости**

Метод основан на различной растворимости цемента, клинкера, гипса и добавки в избытке соляной кислоты.

### **5.2.1 Средства контроля**

Весы лабораторные общего назначения.

Плитка электрическая.

Посуда лабораторная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор молярной концентрации 1 М, приготовленный из стандарт-титра.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации 0,25 М.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Индикатор - фенолфталеин (0,2 г растворяют в 100 см<sup>3</sup> спирта).

### 5.2.2 Порядок проведения анализа

Навески цемента, клинкера, гипса и добавки массой 0,25 г каждая помещают в колбы вместимостью 250 см<sup>3</sup>. В каждую колбу приливают при помешивании 20 см<sup>3</sup> воды, 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и добавляют 30 см<sup>3</sup> воды, помещают на плитку, нагревают до кипения и кипятят 5 мин. Затем колбы снимают с плитки, обмывают внутренние стенки колб 50 см<sup>3</sup> горячей воды и оттитровывают избыток соляной кислоты раствором гидроксида натрия в присутствии 5-7 капель фенолфталеина до слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

### 5.2.3 Обработка результатов

Содержание добавки в цементе вычисляют по [формуле \(3\)](#), где объем раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование избытка соляной кислоты в растворах с цементом, клинкером, гипсом и добавкой, - величина специфической характеристики соответствующего материала.

Если разность между объемами раствора гидроксида натрия, пошедшими на титрование избытка соляной кислоты в растворах с гипсом и добавкой не превышает 1 см<sup>3</sup>, то содержание добавки в цементе  $X_d$ , %, вычисляют по формуле

$$X_d = \frac{100(V_{ц} - V_{кл})}{V_d - V_{кл}} - X_r, \quad (7)$$

где  $V_{ц}$ ,  $V_{кл}$ ,  $V_d$ , - объем раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование избытка соляной кислоты соответственно в растворах с цементом, клинкером и добавкой, см<sup>3</sup>;

$X_r$  - содержание гипса в цементе, вычисленное по [формуле \(1\)](#), %.

Если объем раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование избытка соляной кислоты в растворе с добавкой, более 38 см<sup>3</sup>, то содержание добавки в цементе  $X_d$ , %, вычисляют по формуле

$$X_d = \frac{100(V_{ц} - V_{кл})}{40 - V_{кл}} - X_r, \quad (8)$$

где 40 - объем гидроксида натрия, эквивалентный 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, остающейся несвязанной при полностью нерастворимой добавке.

## 5.3 Определение содержания добавки по восстановительной величине

Метод основан на различии восстановительной величины добавки, клинкера и цемента, обусловленной окислением низковалентных соединений серы, марганца и железа раствором марганцовокислого калия.

### 5.3.1 Средства контроля

Весы лабораторные общего назначения.

Посуда лабораторная.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор молярной концентрации вещества-эквивалента 0,1 Н, приготовленный из стандарт-титра.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Раствор щавелевокислого натрия (7 г щавелевокислого натрия по ГОСТ 5839 и 25 см<sup>3</sup> серной кислоты растворяют в воде и разбавляют до 1 дм<sup>3</sup>).

### 5.3.2 Подготовка к проведению анализа

Перед проведением анализа определяют коэффициент  $K$ , выражающий объемное соотношение между концентрациями растворов щавелевокислого натрия и марганцовокислого калия.

В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> из бюретки приливают 15 см<sup>3</sup> раствора щавелевокислого натрия, добавляют 100 см<sup>3</sup> воды, 20 см<sup>3</sup> серной кислоты и титруют 0,1 Н раствором марганцовокислого калия до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

Коэффициент  $K$  вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_{\text{ср}}}{15}, \quad (9)$$

где  $V_{\text{ср}}$  - объем раствора марганцовокислого калия, пошедший на титрование 15 см<sup>3</sup> раствора щавелевокислого натрия (среднеарифметическое значение по результатам трех титрований), см<sup>3</sup>.

### 5.3.3 Порядок проведения анализа

Навеску добавки массой 0,5 г помещают в колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, содержащую 100 см<sup>3</sup> воды, и при помешивании приливают из бюретки 20 см<sup>3</sup> раствора марганцовокислого калия. После полной диспергации навески в раствор медленно добавляют 20 см<sup>3</sup> серной кислоты и продолжают помешивание в течение 3 мин. Если после добавления серной кислоты раствор не приобретает пурпурной окраски, определение следует повторить, увеличивая объем марганцовокислого калия до 25-30 см<sup>3</sup>. Затем из бюретки приливают 15 см<sup>3</sup> щавелевокислого натрия до обесцвечивания раствора. Если раствор при этом не обесцветился, то продолжают приливать по 5 см<sup>3</sup> раствора щавелевокислого натрия до тех пор, пока раствор не обесцветится.

Навески клинкера и цемента массой 1 г каждая обрабатывают в тех же условиях, добавляя объемы марганцовокислого калия и щавелевокислого натрия, подобранные для добавки. Обесцвеченные растворы с добавкой, клинкером и цементом титруют раствором марганцовокислого калия до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

### 5.3.4 Обработка результатов

5.3.4.1 Восстановительную величину добавки  $B_{\text{д}}$ , см<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$B_{\text{д}} = 2(V_1 + V_2 - KV_3). \quad (10)$$

Восстановительную величину клинкера  $B_{\text{кл}}$  (цемента  $B_{\text{ц}}$ ), см<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$B_{\text{кл}} (B_{\text{ц}}) = V_1 + V_2 - KV_3, \quad (11)$$

где  $V_1$  - объем раствора марганцовокислого калия, пошедший на окисление добавки, см<sup>3</sup>;

$V_2$  - объем раствора марганцовокислого калия, пошедший на обратное титрование после добавления щавелевокислого натрия, см<sup>3</sup>;

$V_3$  - объем раствора щавелевокислого натрия, пошедший на восстановление избытка марганцовокислого калия, см<sup>3</sup>;

2 - коэффициент, учитывающий определение добавки из навески массой 0,5 г;

$K$  - коэффициент, вычисленный по [формуле \(9\)](#).

5.3.4.2 Содержание добавки в цементе вычисляют по [формуле \(3\)](#), где

восстановительная величина добавки, клинкера и цемента, вычисленная по [формулам \(10\)](#) и [\(11\)](#), - величина специфической характеристики соответствующего материала. Значение восстановительной величины гипса принимают равной нулю.

**(Поправка, 21.04.2003 г.)**

#### **5.4 Определение содержания добавки по элементам-индикаторам**

Метод основан на различии массовой доли элемента-индикатора в цементе и его основных компонентах.

##### **5.4.1 Определение содержания добавки по потере массы при прокаливании, оксидам кремния, кальция, магния, железа (II), (III) и алюминия**

5.4.1.1 Массовую долю элементов-индикаторов в цементе, клинкере, гипсе и добавке определяют по [ГОСТ 5382](#) (разделы 4, 6-9, приложение 3).

При определении массовой доли элементов-индикаторов в цементе рентгеноспектральным методом при изготовлении образцов-излучателей методом прессования в стандартных образцах предприятия (СОП) состава цемента и основных техногенных его компонентов (клинкер, гранулированный шлак) перед процедурой градуировки рентгеноспектрометра определяют потерю массы при прокаливании и вычисляют коэффициент стабильности  $K_{ст}$  СОП состава по формуле

$$K_{ст} = \frac{100 - (ППП_2 - ППП_1)}{100}, \quad (12)$$

где  $ППП_1$  - потеря массы при прокаливании, указанная в свидетельстве на СОП состава, %;

$ППП_2$  - потеря массы при прокаливании, определенная в СОП состава перед процедурой градуировки, %.

Полученный коэффициент  $K_{ст}$  умножают на значение массовых долей оксидов элементов, указанных в свидетельствах на СОП состава. Полученные значения используют далее при проведении рентгеноспектрального анализа.

5.4.1.2 Содержание добавки в цементе вычисляют по [формулам \(3\)-\(5\)](#), где массовая доля элемента-индикатора в цементе, клинкере, гипсе и добавке - величина специфической характеристики соответствующего материала.

При определении содержания добавки (гипса) в цементе с использованием рентгеноспектральной аппаратуры, сопряженной с компьютером и управляемой специальным программно-алгоритмическим комплексом (ПАК), расчет содержания добавки осуществляют посредством ПАК в соответствии с инструкцией к нему.

##### **5.4.2. Определение содержания добавки по сульфидной сере**

Метод основан на различии массовой доли сульфидной серы в цементе, клинкере и добавке.

###### *5.4.2.1 Средства контроля*

Весы лабораторные общего назначения.

Мешалка магнитная.

Посуда лабораторная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:1.

Йод по ГОСТ 4159, раствор молярной концентрации 0,1М, приготовленный из стандарт-титра.

Натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, раствор молярной концентрации вещества-эквивалента 0,05 Н, приготовленный из стандарт-титра.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163 (1 г крахмала растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды и в

кипящий раствор добавляют 50 см<sup>3</sup> глицерина).

Глицерин по ГОСТ 6259.

Трилон Б по ГОСТ 10652.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328.

Растворитель щелочной (15 г трилона Б растворяют в 200 см<sup>3</sup> воды, добавляют 1 г гидроксида натрия и разбавляют водой до 1 дм<sup>3</sup>).

#### *5.4.2.2 Порядок проведения анализа*

Навески цемента, клинкера и добавки массой 0,5 г каждая помещают в стаканы вместимостью 150 см<sup>3</sup>, смачивают водой и обрабатывают 25 см<sup>3</sup> щелочного растворителя в течение 3 мин, перемешивая на магнитной мешалке или вручную. Полученные суспензии переносят небольшими порциями при постоянном перемешивании в другие стаканы той же вместимости, содержащие 10 см<sup>3</sup> раствора йода, 20 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и 50 см<sup>3</sup> воды. Для полноты окисления оставшиеся в стаканах осадки обмывают одинаковыми количествами раствора йода, а затем воды, присоединяют эти объемы к основной части раствора и титруют раствором тиосульфата натрия до светло-желтой окраски, добавляют 4-5 капель крахмала и образовавшийся синий раствор окончательно оттитровывают раствором тиосульфата натрия до полного обесцвечивания.

#### *5.4.2.3 Обработка результатов*

Содержание добавки в цементе вычисляют по [формуле \(3\)](#), где объем раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование избытка йода в растворах с цементом, клинкером и добавкой - величина специфической характеристики соответствующего материала.

### **5.4.3 Определение содержания добавки по оксиду железа (II) в растворимой в соляной кислоте части цемента**

Метод основан на определении оксида железа (III) и суммы оксидов железа (II) и (III) в растворимой в соляной кислоте части цемента с дальнейшим расчетом оксида железа (II) по разности полученных результатов. При этом массовую долю оксида железа (III) в присутствии оксида железа (II) определяют в среде углекислого газа, а при определении суммы оксидов железа (II) и (III) перевод двухвалентного железа в трехвалентное осуществляют посредством калия марганцовокислого.

#### *5.4.3.1 Средства контроля*

Весы лабораторные общего назначения.

Плитка электрическая.

Фотоэлектроколориметр.

Печь муфельная.

Посуда лабораторная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:3 и раствор молярной концентрации вещества-эквивалента 4 Н (320 см<sup>3</sup> соляной кислоты разбавляют в мерной колбе до 1 дм<sup>3</sup>).

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор массовой концентрации 250 г/дм<sup>3</sup> или калий роданистый по ГОСТ 4139, раствор массовой концентрации 300 г/дм<sup>3</sup>.

Газ углекислый из баллона или полученный в аппарате Киппа по [ГОСТ 5382](#) (раздел 8).

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор молярной концентрации 0,001 М (0,16 г калия марганцовокислого растворяют в 1 дм<sup>3</sup> воды).

#### *5.4.3.2 Подготовка к проведению анализа*

Приготовление стандартных, градуировочных и холостых растворов - по [ГОСТ 5382](#)

(подпункт 8.3.2.1).

Построение градуировочного графика - по [ГОСТ 5382](#) (подпункт 8.4.2.2).

#### 5.4.3.3 Порядок проведения анализа

В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> наливают 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:3 и закрывают ее пробкой с двумя отверстиями, в которые вставлены стеклянные трубки, согнутые под прямым углом. Одна из трубок (по ходу газа) доходит до дна колбы, вторая кончается под пробкой. Длинную трубку подсоединяют к источнику углекислого газа и пропускают его в течение 3-5 мин. Не прекращая потока газа, в колбу, приподняв пробку, быстро помещают навеску цемента массой 0,1 г. Содержимое колбы кипятят на плитке 15 мин, пропуская постоянно углекислый газ, кипение при этом не должно быть бурным. Затем колбу снимают с плитки, охлаждают и отсоединяют от источника углекислого газа. Содержимое колбы переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой, перемешивают и часть раствора (примерно 100 см<sup>3</sup>) быстро отфильтровывают через фильтр «белая лента». Далее в две мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой от 10 до 25 см<sup>3</sup> отфильтрованного раствора. В одну колбу добавляют 10 см<sup>3</sup> 4 Н раствора соляной кислоты и 10 см<sup>3</sup> раствора роданистого аммония или роданистого калия (первый раствор). В другую колбу добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до слабо-розовой окраски, 10 см<sup>3</sup> 4 Н раствора соляной кислоты и 10 см<sup>3</sup> раствора роданистого аммония или роданистого калия (второй раствор). Полученные растворы разбавляют водой до метки, перемешивают и немедленно фотометрируют в соответствии с [ГОСТ 5382](#) (подпункт 8.4.2.2).

В тех же условиях обрабатывают навески клинкера массой 0,1 г и добавки массой 0,05-0,1 г в зависимости от предполагаемой в ней массовой доли оксида железа (II), (III).

#### 5.4.3.4 Обработка результатов

Массовую долю оксида железа (II)  $X_{\text{FeO}}$ , %, вычисляют по формуле

$$X_{\text{FeO}} = [X_{\text{Fe}_2\text{O}_3}^2 - X_{\text{Fe}_2\text{O}_3}^1]0,9, \quad (13)$$

где  $X_{\text{Fe}_2\text{O}_3}^1$  - массовая доля оксида железа (III), определенная в первом растворе, %;

$X_{\text{Fe}_2\text{O}_3}^2$  - массовая доля оксида железа (III), определенная во втором растворе, %;

0,9 - коэффициент пересчета массовой доли оксида железа (III) на оксид железа (II).

Содержание добавки в цементе вычисляют по [формуле \(3\)](#), где  $X_{\text{FeO}}$  - величина специфической характеристики цемента, клинкера и добавки.

#### 5.4.4 Определение содержания добавки по оксиду железа (II) в нерастворимой в соляной кислоте части цемента

Метод основан на разложении нерастворимого в соляной кислоте остатка цемента смесью серной и плавиковой кислот в потоке углекислого газа с последующим титрованием оксида железа (II) марганцовокислым калием.

##### 5.4.4.1 Средства контроля

Весы лабораторные общего назначения.

Тигли платиновые.

Баня водяная.

Посуда лабораторная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор 1:4.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор молярной концентрации вещества-эквивалента 0,1 Н, приготовленный из стандарт-титра.

Газ углекислый из баллона или получаемый в аппарате Киппа по [ГОСТ 5382](#) (раздел 8).

Бумага индикаторная.

#### 5.4.4.2 Порядок проведения анализа

Навески цемента и добавки массой 1 г каждая помещают в стаканы вместимостью 100 см<sup>3</sup>, прибавляют при помешивании 25 см<sup>3</sup> воды и 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Навеску растирают плоским концом стеклянной палочки, доводят объем раствора водой до 50 см<sup>3</sup>, накрывают стаканы часовыми стеклами и помещают на кипящую водяную баню. Через 15 мин содержимое стаканов фильтруют через фильтр «белая лента», промывают остатки в стакане горячей водой до нейтральной реакции по индикаторной бумаге. Осадки вместе с фильтром помещают в платиновые тигли, смачивают водой, прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, доливают горячую свежепрокипяченную воду до половины тигля, далее операции выполняют по [ГОСТ 5382](#) (подпункт 8.6.2.2).

#### 5.4.4.3 Обработка результатов

Массовую долю оксида железа  $X_{\text{FeO}}$  (II), %, в нерастворимом в соляной кислоте остатке цемента (добавки) вычисляют по формуле

$$X_{\text{FeO}} = \frac{V \cdot 0,007184}{m} \cdot 100, \quad (14)$$

где  $V$  - объем раствора марганцовокислого калия, пошедший на титрование, см<sup>3</sup>;  
0,007184 - количество оксида железа (II), соответствующее 1 см<sup>3</sup> 0,1 Н раствора марганцовокислого калия, г;

$m$  - масса навески цемента (добавки), г.

Содержание добавки в цементе вычисляют по [формуле \(5\)](#), где  $X_{\text{FeO}}$  - величина специфической характеристики цемента и добавки.

### 5.5 Рентгенодифрактометрический метод

Метод основан на различии интенсивностей рентгеновских дифракционных максимумов характерных фаз цемента и добавки.

#### 5.5.1 Средства контроля

Дифрактометр рентгеновский для поликристаллов типа ДРОН, сопряженный с компьютером. Могут быть использованы дифрактометры с регистрацией дифракционных спектров на диаграммной ленте.

Нож стальной с односторонней заточкой длиной (15±5) см.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

#### 5.5.2 Подготовка к проведению анализа

5.5.2.1 Подготовку дифрактометра к работе проводят в соответствии с инструкцией к прибору.

5.5.2.2. Навески цемента и добавки массой не менее 5 г каждая, измельченные до полного прохождения через сито с сеткой № 004 по [ГОСТ 6613](#), насыпают в кюветы дифрактометра - две для цемента и две для добавки, смачивают этиловым спиртом объемом, равным объему кюветы, уплотняют и срезают выступающий излишек массы ножом вровень с краями кюветы для получения ровной поверхности. Допускается использовать меньшее количество кювет, производя их перенабивку.

#### 5.5.3 Порядок проведения анализа

Кюветы устанавливают на приставку дифрактометра в следующей последовательности: кювета с добавкой - кювета с цементом - кювета с цементом - кювета с добавкой и проводят в соответствии с инструкцией к прибору съемку дифракционного спектра в интервале углов дифракции, соответствующих фазе компонента цемента (в зависимости от материала анода трубки), по которой ведут идентификацию добавки ([таблица 2](#)).

Анализ проводят методом прямого измерения интенсивности дифракционного спектра в режиме непрерывной регистрации со скоростью сканирования счетчика 0,5 град/мин при обязательном вращении кюветы с образцом вокруг оси, перпендикулярной к плоскости образца.

Т а б л и ц а 2

Характерная фаза компонента цемента	Интервал углов дифракции (2Θ), град., для анода		
	медного	никелевого	железного
Стеклофаза	20-40	21-44	25-51
Кварц, кристобалит	20-30	21-33	25-38
Карбонат кальция	34-50	37-55	43-64
Клинкерная фаза (алит)	50-55	55-60	64-71

При использовании в качестве аналитического рентгеновского дифракционного максимума фазы алита в клинкере определение содержания добавки в цементе выполняют по [разделу 6](#).

#### 5.5.4 Обработка результатов

Содержание добавки в цементе  $X_d$ , %, вычисляют по формуле

$$X_d = \frac{I_{дц}}{I_d} 100, \quad (15)$$

где  $I_{дц}$  - величина интенсивности рентгеновского дифракционного максимума фазы добавки на спектре цемента (среднеарифметическое значение результатов двух измерений), имп/с или мм;

$I_d$  - величина интенсивности рентгеновского дифракционного максимума фазы добавки (среднеарифметическое значение результатов двух измерений), имп/с или мм.

### 6 Определение содержания добавки рентгенодифрактометрическим методом при отсутствии основных компонентов цемента

Метод основан на различии интенсивности рентгеновских дифракционных максимумов фазы алита в цементе и клинкере.

#### 6.1 Средства контроля

Средства контроля - по [5.5.1](#).

Клинкер-эталон с массовой долей алита от 55 % до 60 %.

#### 6.2 Подготовка и порядок проведения анализа

6.2.1 Подготовка к проведению анализа - по [5.5.2](#), при этом готовят одну кювету с цементом для определения качественного состава цемента; две кюветы с цементом и две с клинкером-эталонном для определения количественного состава цемента.

##### 6.2.2 Определение качественного состава цемента

Кювету с цементом устанавливают на приставку дифрактометра и проводят в соответствии с инструкцией к прибору съемку дифракционного спектра цемента в интервале углов дифракции (2Θ) от 11 до 55 град. для трубки с медным анодом, от 14 до 71 град. - с железным анодом и от 12 до 60 град. - с никелевым анодом со скоростью

сканирования счетчика 2 град/мин.

Анализ проводят методом прямого измерения интенсивности дифракционного спектра в режиме непрерывной регистрации при обязательном вращении кюветы с образцом вокруг оси, перпендикулярной плоскости образца.

По полученному дифракционному спектру цемента устанавливают вид добавки согласно [приложению В](#) и выбирают интервал углов дифракции для проведения съемки дифракционного спектра при определении количественного состава цемента.

#### 6.2.3 Определение количественного состава цемента

Кюветы устанавливают на приставку дифрактометра в следующей последовательности: кювета с клинкером-эталоном - кювета с цементом - кювета с цементом - кювета с клинкером-эталоном и проводят в соответствии с инструкцией к прибору съемку дифракционного спектра в режиме непрерывной регистрации в выбранном интервале углов дифракции (в зависимости от материала анода трубки) для межплоскостных расстояний фазы алита и фаз алит+белит со скоростью сканирования счетчика 0,5 град/мин при обязательном вращении кюветы с образцом вокруг оси, перпендикулярной плоскости образца.

### 6.3 Обработка результатов

6.3.1 Содержание клинкера в цементе  $X_{кл}$ , %, вычисляют по формуле

$$X_{кл} = \frac{I_{ал}}{I_{акэ}} 100, \quad (16)$$

где  $I_{ал}$  - величина интенсивности рентгеновского дифракционного максимума фазы алита в цементе (среднеарифметическое значение результатов двух измерений), имп/с или мм;

$I_{акэ}$  - величина интенсивности рентгеновского дифракционного максимума фазы алита в клинкере-эталоном (среднеарифметическое значение результатов двух измерений), имп/с или мм.

6.3.2 Содержание добавки в цементе  $X_{д}$ , %, вычисляют по формуле

$$X_{д} = 100 - X_{кл} - X_{г}, \quad (17)$$

где  $X_{кл}$  - содержание клинкера в цементе, вычисленное по [формуле \(16\)](#), %;

$X_{г}$  - содержание гипса в цементе, вычисленное по [формуле \(1\)](#), %.

### ПРИЛОЖЕНИЕ А (информационное)

#### Перечень нормативных документов, ссылки на которые использованы в настоящем стандарте

- [ГОСТ 8.326-89](#) ГСИ Метрологическая аттестация средств измерений
- ГОСТ 8.513-84 ГСИ Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения
- ГОСТ 3118-77 Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 4139-75 Калий роданистый. Технические условия
- ГОСТ 4159-79 Йод. Технические условия
- ГОСТ 4204-77 Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4328-77 Натрия гидроокись. Технические условия
- [ГОСТ 5382-91](#) Цементы и материалы цементного производства. Методы химического анализа
- ГОСТ 5839-77 Натрий щавелевокислый. Технические условия
- ГОСТ 6259-75 Глицерин. Технические условия
- [ГОСТ 6613-86](#) Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия
- ГОСТ 10163-76 Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 10484-78 Кислота фтористоводородная. Технические условия  
ГОСТ 10652-73 Соль динатриевая этилендиамин - N, N, N', N' - тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б)  
ГОСТ 18300-87 Спирт этиловый ректифицированный технический. Технические условия  
ГОСТ 20490-75 Калий марганцовокислый. Технические условия  
ГОСТ 27067-86 Аммоний роданистый. Технические условия  
ГОСТ 27068-86 Натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия  
ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования  
ГОСТ 29228-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания  
ГОСТ 29251-91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования  
ГОСТ 29252-91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без времени ожидания  
[ГОСТ 30515-97](#) Цементы. Общие технические условия

ПРИЛОЖЕНИЕ Б  
(рекомендуемое)

**Специфические характеристики добавок**

Т а б л и ц а Б.1

Наименование добавки	Специфическая характеристика	Метод определения
<b>Добавки гидравлические</b>		
Доменный гранулированный шлак	Восстановительная величина	По <a href="#">5.3</a>
	Элементы-индикаторы	По <a href="#">5.4.1</a> (ГОСТ 5382, раздел 6, приложение 3), <a href="#">5.4.2</a>
	Интенсивность рентгеновского дифракционного максимума стеклофазы	По 5.5
	Интенсивность рентгеновского дифракционного максимума фазы алита в клинкере	По <a href="#">разделу 6</a>
Электротермофосфорный гранулированный шлак	Элементы-индикаторы	По <a href="#">5.4.1</a> (ГОСТ 5382, разделы 6, 7, приложение 3), <a href="#">5.4.2</a>
	Интенсивность рентгеновского дифракционного максимума стеклофазы	По <a href="#">5.5</a>
	Интенсивность рентгеновского дифракционного максимума фазы алита в клинкере	По <a href="#">разделу 6</a>
Нефелиновый шлак	Элементы-индикаторы	По <a href="#">5.4.1</a> (ГОСТ 5382, разделы 6, 7, приложение 3)
	Интенсивность рентгеновского дифракционного максимума фазы алита в клинкере	По <a href="#">разделу 6</a>
Золошлаковые отходы ТЭС основные	Элементы-индикаторы, в том числе оксид железа (II) в растворимой в соляной кислоте части цемента и добавки	По <a href="#">5.4.1</a> (ГОСТ 5382, раздел 8, приложение 3), <a href="#">5.4.3</a>
	Интенсивность рентгеновского дифракционного максимума фазы алита в клинкере	По <a href="#">разделу 6</a>
<b>Пуццолана природная</b>	Нерастворимый в соляной кислоте остаток цемента	По <a href="#">5.1</a>
	Кислотная растворимость	По <a href="#">5.2</a>
	Элементы-индикаторы	По <a href="#">5.4.1</a> (ГОСТ 5382, раздел 6,

Наименование добавки	Специфическая характеристика	Метод определения
		приложение 3)
	Интенсивность рентгеновского дифракционного максимума фазы кварца или другой кремнеземистой фазы	По <a href="#">5.5</a>
	Интенсивность рентгеновского дифракционного максимума фазы алита в клинкере	По <a href="#">разделу 6</a>
<b>Пуццолана промышленная</b>		
Золошлаковые отходы ТЭС кислые, в том числе отработанные формовочные массы, кремнегель и др.	Нерастворимый в соляной кислоте остаток цемента	По <a href="#">5.1</a>
	Кислотная растворимость	По <a href="#">5.2</a>
	Элементы-индикаторы, в том числе оксид железа (II) в нерастворимой в соляной кислоте части цемента и добавки	По <a href="#">5.4.1</a> (ГОСТ 5382, раздел 8 приложение 3), <a href="#">5.4.4</a>
	Интенсивность рентгеновского дифракционного максимума фазы кварца или другой кремнеземистой фазы	По <a href="#">5.5</a>
	Интенсивность рентгеновского дифракционного максимума фазы алита в клинкере	По <a href="#">разделу 6</a>
<b>Добавки-наполнители</b>		
Карбонатная	Элементы-индикаторы	По <a href="#">5.4.1</a> (ГОСТ 5382, раздел 4, приложение 3)
	Интенсивность рентгеновского дифракционного максимума карбонатной фазы	По <a href="#">5.5</a>
	Интенсивность рентгеновского дифракционного максимума фазы алита в клинкере	По <a href="#">разделу 6</a>
Кремнеземистая	Нерастворимый в соляной кислоте остаток цемента	По <a href="#">5.1</a>
	Кислотная растворимость	По <a href="#">5.2</a>
	Элементы-индикаторы	По <a href="#">5.4.1</a> (ГОСТ 5382, раздел 6, приложение 3)
	Интенсивность рентгеновского дифракционного максимума фазы кварца или другой кремнеземистой фазы	По <a href="#">5.5</a>
	Интенсивность рентгеновского дифракционного максимума фазы алита в клинкере	По <a href="#">разделу 6</a>

**ПРИЛОЖЕНИЕ В**  
(справочное)

**Рентгеновские дифракционные максимумы фаз основных компонентов цемента**

Т а б л и ц а В.1

Наименование фаз основных компонентов цемента	Характеристика дифракционного максимума фаз			
	Угол дифракции, (2 $\Theta$ ) град., для анода			Межплоскостное расстояние, $\overset{\circ}{\text{A}}$
	медного	никелевого	железного	
<b>Ф а з ы   к л и н к е р а</b>				
Алит	29,53	31,67	37,14	3,04
»	30,16	32,55	38,18	2,96
»	51,90	56,24	66,74	1,76
Алит + Белит (при налагающихся дифракционных максимумах)	32,17	34,72	40,76	2,78
То же	32,78	35,38	41,54	2,73
»	34,47	37,20	43,72	2,60
»	41,38	41,42	52,73	2,18

Наименование фаз основных компонентов цемента	Характеристика дифракционного максимума фаз			
	Угол дифракции, (2 $\Theta$ ) град., для анода			Межплоскостное расстояние, $\overset{0}{\text{A}}$
	медного	никелевого	железного	
Алюминат кальция	33,28	35,92	42,18	2,69
Алюмоферрит кальция	12,11	13,05	15,24	7,30
То же	33,90	36,62	43,02	2,64
Ф а з ы   г и п с а				
Сульфат кальция:				
двуводный гипс	11,63	12,53	14,64	7,60
полуводный гипс	14,85	16,00	18,70	5,96
ангидрит	25,50	27,50	32,21	3,49
Ф а з ы   д о б а в о к				
Кварц	20,90	22,50	26,33	4,25
»	26,67	28,76	33,70	3,34
»	50,37	54,56	64,66	1,81
Кальцит	29,45	31,78	37,26	3,03
»	36,04	38,92	45,76	2,49
»	47,60	51,48	60,90	1,91
»	48,65	52,66	62,35	1,87

Ключевые слова: цемент, клинкер, гипс, минеральная добавка, специфическая характеристика