**Государственный стандарт РФ ГОСТ Р 51795-2001
"Цементы. Методы определения содержания минеральных добавок"
(принят постановлением Госстроя РФ от 28 июня 2001 г. N 66)**

**Cements Methods for determination of content of mineral additives**

**Дата введения 1 января 2002 г.**

**Введен впервые**

 [1. Область применения](#sub_100)

 [2. Нормативные ссылки](#sub_200)

 [3. Определения](#sub_300)

 [4. Общие положения](#sub_400)

 [5. Методы определения содержания добавок при наличии основных](#sub_500)

 компонентов цемента

 [6. Определение содержания добавки рентгенодифрактометрическим](#sub_600)

 методом при отсутствии основных компонентов цемента

 [Приложение А. Перечень нормативных документов, ссылки на которые](#sub_1000)

 использованы в настоящем стандарте

 [Приложение Б. Специфические характеристики добавок](#sub_2000)

 [Приложение В. Рентгеновские дифракционные максимумы фаз основных](#sub_3000)

 компонентов цемента

**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](#sub_500) 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](#sub_1000).

**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](#sub_2000).

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.

**Таблица 1**

В процентах

┌─────────────────────┬─────────────┬─────────────┬─────────────────────┐

│Содержание добавки в │ Ошибка │ Ошибка │ Допустимое │

│ цементе │повторяемости│воспроизводи-│ расхождение между │

│ │ │ мости │ 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 Х\_г, %, вычисляют по формуле:



"Формула вычисления содержания гипса в цементе"

4.9. Содержание добавки в цементе X\_д, %, вычисляют по формуле:

 100(СХ - СХ ) - Х (СХ - СХ )

 ц кл г г кл

 X = ----------------------------------, (3)

 д СХ - СХ

 д кл

где СХ , СХ , СХ и СХ - величина специфической характеристики

 ц кл г д

соответственно цемента, клинкера, гипса и добавки;

 Х - содержание гипса в цементе, вычисленное по формуле [(1)](#sub_481), %.

 г

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 Х \_д2, %, определяют по специфической характеристике, присущей обеим добавкам, и вычисляют по формуле:

 100(СХ - СХ ) - Х (СХ - СХ ) - Х (СХ - СХ )

 ц кл д д кл г г кл

 1 1

 X = -----------------------------------------------, (4)

 д СХ - СХ

 2 д кл

 2 2

где СХ - величина специфической характеристики первой добавки;

 д

 1

 СХ - величина специфической характеристики второй добавки;

 д

 2

 Х - содержание первой добавки, вычисленное по формуле [(3)](#sub_493), %.

 д

Содержание добавки в цементе Х\_д, %, определяемое по специфической характеристике, отсутствующей у гипса и клинкера, вычисляют по формуле:

 СХ

 ц

 Х = ----- 100. (5)

 д СХ

 д

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](#sub_510)

 [5.2. Определение содержания добавки по кислотной растворимости](#sub_520)

 [5.3. Определение содержания добавки по восстановительной величине](#sub_530)

 [5.4. Определение содержания добавки по элементам-индикаторам](#sub_540)

 [5.5. Рентгенодифрактометрический метод](#sub_550)

**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 см3, приливают при помешивании 25 см3 воды и 5 см3 соляной кислоты. Навески тщательно растирают плоским концом стеклянной палочки, растворы разбавляют водой до объема 50 см3 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 Х\_н.о., %, в растворах цемента и добавки вычисляют по формуле:

 (m - m )

 1 2

 Х = --------- 100, (6)

 н.о. m

где m - масса пустого тигля, г;

 1

 m - масса тигля с прокаленным осадком раствора цемента (добавки),

 2

г;

 m - масса навески цемента (добавки), г.

Содержание добавки в цементе вычисляют по формуле [(5)](#sub_495), где Х\_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 см3 спирта).

5.2.2. Порядок проведения анализа

Навески цемента, клинкера, гипса и добавки массой 0,25 г каждая помещают в колбы вместимостью 250 см3. В каждую колбу приливают при помешивании 20 см3 воды, 10 см3 раствора соляной кислоты и добавляют 30 см3 воды, помещают на плитку, нагревают до кипения и кипятят 5 мин. Затем колбы снимают с плитки, обмывают внутренние стенки колб 50 см3 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)](#sub_493), 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 см3, то содержание добавки в цементе Х\_д, %, вычисляют по формуле:

 100(V - V )

 ц кл

 Х = -------------- - Х , (7)

 д V - V г

 л кл

где V , V , V - объем раствора гидроксида натрия, пошедший на

 ц кл д

титрование избытка соляной кислоты соответственно в растворах с цементом,

клинкером и добавкой, см3;

 Х - содержание гипса в цементе, вычисленное по формуле [(1)](#sub_481), %.

 г

Если объем раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование избытка соляной кислоты в растворе с добавкой, более 38 см3, то содержание добавки в цементе Ад, %, вычисляют по формуле:

 100(V - V )

 ц кл

 Х = --------------- - Х , (8)

 д 40 - V г

 кл

где 40 - объем гидроксида натрия, эквивалентный 10 см3 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 см3 серной кислоты растворяют в воде и разбавляют до 1 дм3).

5.3.2. Подготовка к проведению анализа

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

В коническую колбу вместимостью 250 см3 из бюретки приливают 15 см3 раствора щавелевокислого натрия, добавляют 100 см3 воды, 20 см3 серной кислоты и титруют 0,1 Н раствором марганцовокислого калия до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

Коэффициент К вычисляют по формуле:

 V

 ср

 К = ------, (9)

 15

где V - объем раствора марганцовокислого калия, пошедший на титрование

 ср

 15 см3 раствора щавелевокислого натрия (среднеарифметическое

 значение по результатам трех титрований), см3.

5.3.3. Порядок проведения анализа

Навеску добавки массой 0,5 г помещают в колбу вместимостью 250 см3, содержащую 100 см3 воды, и при помешивании приливают из бюретки 20 см3 раствора марганцовокислого калия. После полной диспергации навески в раствор медленно добавляют 20 см3 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 см3. Затем из бюретки приливают 15 см3 щавелевокислого натрия до обесцвечивания раствора. Если раствор при этом не обесцветился, то продолжают приливать по 5 см3 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 В\_д, см3, вычисляют по формуле

 В = 2 (V + V - K V ), (10)

 д 1 2 3

Восстановительную величину клинкера В\_кл (цемента В\_ц), см3, вычисляют по формуле:

 В (B )= 2 (V + V - K V ). (11)

 кл ц 1 2 3

где V - объем раствора марганцовокислого калия, пошедший на окисление

 1

добавки, см3;

 V - объем раствора марганцовокислого калия, пошедший на обратное

 2

титрование после добавления щавелевокислого натрия, см3;

 V - объем раствора щавелевокислого натрия, пошедший на

 3

восстановление избытка марганцовокислого калия, см3;

 2 - коэффициент, учитывающий определение добавки из навески массой,

5 г;

 К - коэффициент, вычисленный по формуле [(9)](#sub_539).

5.3.4.2. Содержание добавки в цементе вычисляют по формуле [(3)](#sub_493), где восстановительная величина добавки, клинкера и цемента, вычисленная по формулам [(10)](#sub_5310) и [(11)](#sub_5311), - величина специфической характеристики соответствующего материала. Значение восстановительной величины гипса принимают равным нулю.

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

 [5.4.1. Определение содержания добавки по потере массы при прокаливании,](#sub_541)

 оксидам кремния, кальция, магния, железа (II), (III) и алюминия

 [5.4.2. Определение содержания добавки по сульфидной сере](#sub_542)

 [5.4.3. Определение содержания добавки по оксиду железа (II) в](#sub_543)

 растворимой в соляной кислоте части цемента

 [5.4.4. Определение содержания добавки по оксиду железа (II)](#sub_544)

 в нерастворимой в соляной кислоте части цемента

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 К\_ст СОП состава по формуле

 100 - (ППП - ППП )

 2 1

 К = --------------------, (12)

 ст 100

где ППП - потеря массы при прокаливании, указанная в свидетельстве

 1

на СОП состава, %;

 ППП - потеря массы при прокаливании, определенная в СОП состава

 2

перед процедурой градуировки, %.

Полученный коэффициент К\_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)](#sub_493), 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 серноватистокислый (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 см3 воды и в кипящий раствор добавляют 50 см3 глицерина).

Глицерин по ГОСТ 6259.

Трилон Б по ГОСТ 10652.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328.

Растворитель щелочной (15 г трилона Б растворяют в 200 см3 воды, добавляют 1 г гидроксида натрия и разбавляют водой до 1 дм3).

5.4.2.2. Порядок проведения анализа

Навески цемента, клинкера и добавки массой 0,5 г каждая помещают в стаканы вместимостью 150 см3, смачивают водой и обрабатывают 25 см3 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 см3 раствора йода, 20 см3 раствора соляной кислоты и 50 см3 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)](#sub_493), 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 см3 соляной кислоты разбавляют в мерной колбе до 1 дм3).

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор массовой концентрации 250 г/дм3 или калий роданистый по ГОСТ 4139, раствор массовой концентрации 300 г/дм3.

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 дм3 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 см3 наливают 100 см3 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 см3, доливают до метки водой, перемешивают и часть раствора (примерно 100 см3) быстро отфильтровывают через фильтр "белая лента". Далее в две мерные колбы вместимостью 100 см3 отбирают пипеткой от 10 до 25 см3 отфильтрованного раствора. В одну колбу добавляют 10 см3 4 Н раствора соляной кислоты и 10 см3 раствора роданистого аммония или роданистого калия (первый раствор). В другую колбу добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до слабо-розовой окраски, 10 см3 4 Н раствора соляной кислоты и 10 см3 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) Х\_FeO, %, вычисляют по формуле:



"Формула вычисления массовой доли оксида железа (II)"

Содержание добавки в цементе вычисляют по формуле [(3)](#sub_493), где X\_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 см3, прибавляют при помешивании 25 см3 воды и 5 см3 соляной кислоты. Навеску растирают плоским концом стеклянной палочки, доводят объем раствора водой до 50 см3, 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 см3 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\_FeO (II), %, в нерастворимом в соляной кислоте остатке цемента (добавки) вычисляют по формуле:

 V x 0,007184

 X = ------------ 100, (14)

 FeO m

где V - объем раствора марганцовокислого калия, пошедший на титрование,

см3;

 0,007184 - количество оксида железа (II), соответствующее

1 см3 0,1 Н раствора марганцовокислого калия, г;

 m - масса навески цемента (добавки), г.

Содержание добавки в цементе вычисляют по формуле [(5)](#sub_495), где X\_FeO - вeличинa 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 N 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](#sub_5520)).

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.

**Таблица 2**

┌─────────────────────────────┬─────────────────────────────────────────┐

│ Характерная фаза компонента │Интервал углов дифракции (2 Тэта), град.,│

│ цемента │ 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](#sub_600).

5.5.4. Обработка результатов

Содержание добавки в цементе Х\_д,%, вычисляют по формуле

 I

 дц

 Х = ----- 100, (15)

 д I

 д

где I - величина интенсивности рентгеновского дифракционного

 дц

максимума фазы добавки на спектре цемента (среднеарифметическое значение

результатов двух измерений), имп/с или мм;

 I - величина интенсивности рентгеновского дифракционного максимума

 д

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](#sub_552), при этом готовят одну кювету с цементом для определения качественного состава цемента; две кюветы с цементом и две с клинкером-эталоном 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 (2 Тэта) 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 Х\_кл, %, вычисляют по формуле:

 I

 ац

 Х = ------100, (16)

 кл I

 акэ

где I - величина интенсивности рентгеновского дифракционного

 ац

максимума фазы алита в цементе (среднеарифметическое значение результатов

двух измерений), имп/с или мм;

 I - величина интенсивности рентгеновского дифракционного

 акэ

максимума фазы алита в клинкере-эталоне (среднеарифметическое значение

результатов двух измерений), имп/с или мм.

6.3.2. Содержание добавки в цементе Х\_д, %, вычисляют по формуле:

 Х = l00 - Х - Х , (17)

 д кл г

где Х - содержание клинкера в цементе, вычисленное по формуле [(16)](#sub_6316), %;

 кл

 Х - содержание гипса в цементе, вычисленное по формуле [(1)](#sub_481), %.

 г

**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 ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 20490-75 Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 27067-86 Аммоний роданистый. Технические условия ГОСТ 27068-86 Натрий серноватистокислый (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**

**Таблица Б.1**

┌──────────────────┬───────────────────────────────┬────────────────────┐

│ Наименование │ Специфическая характеристика │ Метод определения │

│ добавки │ │ │

├──────────────────┴───────────────────────────────┴────────────────────┤

│ **Добавки гидравлические** │

├──────────────────┬───────────────────────────────┬────────────────────┤

│Доменный │Восстановительная величина │ По [5.3](#sub_530) │

│гранулированный ├───────────────────────────────┼────────────────────┤

│шлак │Элементы - индикаторы │По [5.4.1](#sub_541) (ГОСТ 5382,│

│ │ │раздел 6, приложение│

│ │ │ 3), [5.4.2](#sub_542) │

│ ├───────────────────────────────┼────────────────────┤

│ │Интенсивность рентгеновского│ По [5.5](#sub_550) │

│ │дифракционного максимума│ │

│ │стеклофазы │ │

│ ├───────────────────────────────┼────────────────────┤

│ │Интенсивность рентгеновского│ По [разделу 6](#sub_600) │

│ │дифракционного максимума фазы│ │

│ │алита в клинкере │ │

├──────────────────┼───────────────────────────────┼────────────────────┤

│Электротермофосфо-│Элементы-индикаторы │По 5.4.1 (ГОСТ 5382,│

│рный │ │ разделы 6, 7, │

│гранулированный │ │приложение 3), 5.4.2│

│шлак │ │ │

│ ├───────────────────────────────┼────────────────────┤

│ │Интенсивность рентгеновского│ По 5.5 │

│ │дифракционного максимума│ │

│ │стеклофазы │ │

│ ├───────────────────────────────┼────────────────────┤

│ │Интенсивность рентгеновского│ По разделу 6 │

│ │дифракционного максимума фазы│ │

│ │алита в клинкере │ │

├──────────────────┼───────────────────────────────┼────────────────────┤

│Нефелиновый шлам │Элементы-индикаторы │По [5.4.1](#sub_541) (ГОСТ 5382,│

│ │ │ разделы 6, 7, │

│ │ │ приложение 3) │

│ ├───────────────────────────────┼────────────────────┤

│ │Интенсивность рентгеновского│ По [разделу 6](#sub_600) │

│ │дифракционного максимума фазы│ │

│ │алита в клинкере │ │

├──────────────────┼───────────────────────────────┼────────────────────┤

│Золошлаковые │Элементы-индикаторы, в том│По 5.4.1 (ГОСТ 5382,│

│отходы ТЭС│числе оксид железа (II) в│раздел 8, приложение│

│основные │растворимой в соляной кислоте│ 3), [5.4.3](#sub_543) │

│ │части цемента и добавки │ │

│ ├───────────────────────────────┼────────────────────┤

│ │Интенсивность рентгеновского│ По разделу 6 │

│ │дифракционного максимума фазы│ │

│ │алита в клинкере │ │

├──────────────────┼───────────────────────────────┼────────────────────┤

│Пуццолана │Нерастворимый в соляной кислоте│ По [5.1](#sub_510) │

│природная │остаток цемента │ │

│ ├───────────────────────────────┼────────────────────┤

│ │Кислотная растворимость │ По [5.2](#sub_520) │

│ ├───────────────────────────────┼────────────────────┤

│ │Элементы-индикаторы │По [5.4.1](#sub_541) (ГОСТ 5382,│

│ │ │раздел 6, приложение│

│ │ │ 3) │

│ ├───────────────────────────────┼────────────────────┤

│ │Интенсивность рентгеновского│ По [5.5](#sub_550) │

│ │дифракционного максимума фазы│ │

│ │кварца или другой│ │

│ │кремнеземистой фазы │ │

│ ├───────────────────────────────┼────────────────────┤

│ │Интенсивность рентгеновского│ По [разделу 6](#sub_600) │

│ │дифракционного максимума фазы│ │

│ │алита в клинкере │ │

├──────────────────┴───────────────────────────────┴────────────────────┤

│  **Пуццолана промышленная** │

├──────────────────┬───────────────────────────────┬────────────────────┤

│Золошлаковые │Нерастворимый в соляной кислоте│ По 5.1 │

│отходы ТЭС кислые,│остаток цемента │ │

│в том числе├───────────────────────────────┼────────────────────┤

│отработанные │Кислотная растворимость │ По 5.2 │

│формовочные массы,├───────────────────────────────┼────────────────────┤

│кремнегель и др. │Элементы-индикаторы, в том│По [5.4.1](#sub_541) (ГОСТ 5382,│

│ │числе оксид железа (II) в│раздел 8, приложение│

│ │нерастворимой в соляной кислоте│ 3), [5.4.4](#sub_544) │

│ │части цемента и добавки │ │

│ ├───────────────────────────────┼────────────────────┤

│ │Интенсивность рентгеновского│ По [5.5](#sub_550) │

│ │дифракционного максимума фазы│ │

│ │кварца или другой│ │

│ │кремнеземистой фазы │ │

│ ├───────────────────────────────┼────────────────────┤

│ │Интенсивность рентгеновского│ По [разделу 6](#sub_600) │

│ │дифракционного максимума фазы│ │

│ │алита в клинкере │ │

├──────────────────┴───────────────────────────────┴────────────────────┤

│ **Добавки-наполнители** │

├───────────────────┬──────────────────────────────┬────────────────────┤

│Карбонатная │Элементы-индикаторы │По 5.4.1 (ГОСТ 5382,│

│ │ │раздел 4, приложение│

│ │ │ 3) │

│ ├──────────────────────────────┼────────────────────┤

│ │Интенсивность рентгеновского│ По 5.5 │

│ │дифракционного максимума│ │

│ │карбонатной фазы │ │

│ ├──────────────────────────────┼────────────────────┤

│ │Интенсивность рентгеновского│ По разделу 6 │

│ │дифракционного максимума фазы│ │

│ │алита в клинкере │ │

├───────────────────┼──────────────────────────────┼────────────────────┤

│Кремнеземистая │Нерастворимый в соляной│ По [5.1](#sub_510) │

│ │кислоте остаток цемента │ │

│ ├──────────────────────────────┼────────────────────┤

│ │Кислотная растворимость │ По [5.2](#sub_520) │

│ ├──────────────────────────────┼────────────────────┤

│ │Элементы-индикаторы │По [5.4.1](#sub_541) (ГОСТ 5382,│

│ │ │раздел 6, приложение│

│ │ │ 3) │

│ ├──────────────────────────────┼────────────────────┤

│ │Интенсивность рентгеновского│ По [5.5](#sub_550) │

│ │дифракционного максимума фазы│ │

│ │кварца или другой│ │

│ │кремнеземистой фазы │ │

│ ├──────────────────────────────┼────────────────────┤

│ │Интенсивность рентгеновского│ По [разделу 6](#sub_600) │

│ │дифракционного максимума фазы│ │

│ │алита в клинкере │ │

└───────────────────┴──────────────────────────────┴────────────────────┘

**Приложение В**

**(справочное)**

**Рентгеновские дифракционные максимумы фаз основных компонентов цемента**

**Таблица B.1**

┌──────────────────────────────┬────────────────────────────────────────┐

│ Наименование фаз основных │Характеристика дифракционного максимума │

│ компонентов цемента │ фаз │

│ ├────────────────────────────┬───────────┤

│ │ Угол дифракции, (2 Тэта) │Межплоскос-│

│ │ град., для анода │ тное │

│ ├────────┬─────────┬─────────┤расстояние,│

│ │медного │никелево-│железного│ А │

│ │ │ го │ │ │

├──────────────────────────────┴────────┴─────────┴─────────┴───────────┤

│ **Фазы клинкера** │

├──────────────────────────────┬────────┬─────────┬─────────┬───────────┤

│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│ 32,17 │ 34,72 │ 40,76 │ 2,78 │

│дифракционных максимумах) │ │ │ │ │

├──────────────────────────────┼────────┼─────────┼─────────┼───────────┤

│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 │

├──────────────────────────────┼────────┼─────────┼─────────┼───────────┤

│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 │

├──────────────────────────────┴────────┴─────────┴─────────┴───────────┤

│ **Фазы гипса** │

├──────────────────────────────┬────────┬─────────┬─────────┬───────────┤

│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 │

├──────────────────────────────┴────────┴─────────┴─────────┴───────────┤

│ **Фазы добавок** │

├──────────────────────────────┬────────┬─────────┬─────────┬───────────┤

│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 │