**МОНГОЛ УЛСЫН СТАНДАРТ**

**Ангилалтын код 91.100.10**

|  |  |
| --- | --- |
| **Цементийн клинкерийн чөлөөт цахиурын диоксидыг****тодорхойлох химийн шинжилгээний арга** | **MNS GB/T 28629 : 2019** |
|  | **GB/T 28629 : 2012** |

Стандарт, хэмжил зүйн газрын даргын 2019 оны .. дугаар сарын ..-ний өдрийн … дүгээр тушаалаар батлав.

Энэ стандарт нь 2019 оны … дугаар сарын ….-ны өдрөөс эхлэн хүчинтэй.

**1 Хамрах хүрээ**

Энэ стандарт нь цементийн клинкер дэх чөлөөт цахиурын диоксидын химийн шинжилгээний аргыг тодорхойлох ба цементийн клинкер болон бусад материалд хэрэглэгдэнэ.

**2 Норматив лавлах материалууд**

Дараах баримт бичгүүдийн тодорхой агуулга эсвэл бүхэлдээ энэхүү стандартад хэрэглэгдэж болох ба хуучин хугацаа дууссан заавруудын хувьд зөвхөн хянан засварлагдсан хувийг, хугацаа тодорхойгүй зааврын хувьд хамгийн сүүлд нэмэлт өөрчлөлт оруулсан хувилбарыг хэрэглэнэ.

GB/T2007.1 Гар аргаар дээжилсэн балк буюу овор ихтэй дээжинд эрдсийн дээж бэлтгэх, дээжлэлтийн ерөнхий дүрэм.

GB/T6682 Ашиглалтын өвөрмөц онцлог бүхий шинжилгээний лаборатори дах ус болон туршилтын аргууд

**3 Туршилтыг явуулах ерөнхий шаардлагууд**

**3.1 Туршилтын тоо**

Туршилт бүрийг 2 удаа явуулж үр дүнг 2 туршилтын дундаж утгаар тодорхойлно.

Цемент, клинкер, байгалийн гөлтгөнөөс бусад дээжийг 105-1100С температурт 2 цагийн турш хатаасны дараа эксикаторт тасалгааны температур хүртэл хөргөх хэрэгтэй.

Хоосон тодорхойлолтыг шатаалтын хорогдлоос бусад тохиолдолд тодорхойлолт бүрийг ижил цаг хугацаанд явуулна. Хоосон туршилтын үр дүнгээр тодорхойлолтын үр дүнг засварлаж болно.

**3.2** Масс, эзлэхүүн, эзлэхүүний харьцаа, титр болон үр дүнгийн утгыг илэрхийлэх нь. Массыг гр нэгжээр 0.0001 нарийвчлалаар, эзлэхүүнийг бюреткээр хэмжин мл нэгжээр 0.05мл нарийвчлалтайгаар хэмжилтийн утгыг авна. Титрийг мл бүрдэх граммын утгаар авах ба уусмал дахь эзлэхүүний харьцааг 3 тодорхойлолтын дунджаар илэрхийлнэ. Туршилтыг явуулсан цикл бүрийн дараа титр болон эзлэхүүний харьцаа 4 оронтой тоогоор илэрхийлэгдэнэ. Шинжилгээний үр дүнгүүд массын хувиар гарах ба анализын тоон утга 0.00 % -нарийвчлалаар гарна.

**3.3 Хоосон туршилт**

Хоосон туршилтыг дээжгүйгээр ижил хэмжээний эзлэхүүнтэй урвалж бодисуудыг аван дээжтэй байх шинжилгээтэй ижил үйл явцаар явуулна. Ингэснээр шинжилгээний тодорхойлолтуудын үр дүн үнэн зөв байх үндэслэл болно.

**4 Урвалж бодис, материалууд**

Урвалжуудын чанар шинж

Шинжилгээнийн шаардлагыг хангасан чанартай, аналитик цэвэршилтээс багагүй байх. Ус нь GB/T6682 стандартад тусгагдсан 3 шатлалын шаардлагад нийцсэн байх. Шинжилгээнд хэрэглэгдэх концентрацитай шингэн урвалжуудын 200С температурын нягтыг (ρ) г/см3 нэгжээр, массын хэсгийг %-иар илэрхийлэн энэхүү стандартад тусгасан байх ёстой.

Шинжилгээнд хэрэглэгдэх хүчил болон аммоны уусмал нь концентрацитай байх ба шингэлэлтийг эзэлхүүний хэмжээгээр шингэлнэ. Жишээлбэл: Давсны хүчил 1+2 шингэрүүлэлтийн утга нь 1 эзлэхүүн Давсны хүчлийг 2 эзэлхүүн усаар шингэлнэ гэсэн утгатай.

**4.1** Фосфорын хүчил (H3PO4)

ρ=1.69г/см3 , 85% массын хэсэг

**4.2** Азотын хүчил (HNO3)

ρ=1.39 -1.41г/см3 , 65-85% массын хэсэг

**4.3** Аммоны усан уусмал (NH3∙H2O)

ρ=0.9 -0.91г/см3 , 25-28% массын хэсэг

**4.4** Фтортборын хүчил (HBF4)

40 % массын хэсэг

**4.5** Усгүй калийн карбонат (K2CO3)

Хатуу талст бодис. Цэвэр хуурай саванд нь битүүмжлэн хадгална.

**4.6** Усгүй натрийн карбонат (Na2CO3)

Хатуу талст бодис. Цэвэр хуурай саванд нь битүүмжлэн хадгална.

**4.7** Калийн хлорид (KCl)

Бодисын ширхэглэл том үед урьдчилан болгоомжтойгоор нунтагласны дараа хэрэглэнэ.

**4.8** Давсны хүчлийн уусмал

**4.8.1** Давсны хүчил (1+1)

1 эзэлхүүн концентрацитай давсны хүчлийг 1 эзлэхүүн устай холих

**4.8.2** Давсны хүчил (1+10)

1 эзэлхүүн концентрацитай давсны хүчлийг 10 эзлэхүүн устай холих

**4.9** Усан аммони (1+1)

1 эзэлхүүн концентрацитай усан аммонийг1 эзлэхүүн устай холих

**4.10** Азотын хүчил (1+6)

1 эзэлхүүн концентрацитай азотын хүчлийг 6 эзлэхүүн устай холих

**4.11** Калийг хлоридын усан уусмал (50г/л)

50г KCl-ийг бага зэргийн усанд уусгаж 1000мл болтол шингэлэн бэлдэх.

**4.12** Калийн хлорид-этанолын уусмал (50г/л)

**4.13** Калийн фторидын уусмал (150г/л)

Хуванцар аяганд 150г калийн фторидыг хийн бага зэргийн усанд уусган 1000мл хүртэл шингэлж уусмалаа хуванцар лонхонд хадгална.

**4.14** Аммоны нитратын уусмал (20 г/л)

2г аммоны нитратыг усанд уусгаж 100мл хүртэл шингэлнэ.

**4.15** Аммоны молибдатын уусмал (50г/л)

5г аммоны молибдатыг [(NH4)6Mo7O24∙4H2O] бага зэргийг халуун усанд уусгана. Хөргөсний дараа 100мл хүртэл усаар шингэлэн хуванцар лонхонд хадгална. Хэрэв шаардлагатай бол шүүнэ. Бэлтгэсэн уусмалыг 1 долоо хоногийн дотор хэрэглэнэ.

**4.16** Аскорбины хүчлийн уусмал (5г/л)

0.5г аскорбины хүчлийг бага зэргийн усанд уусгаж 100мл хүртэл шингэлнэ. Аскорбины хүчлийн уусмалын хэрэглэхийн өмнө шинээр бэлтгэх ёстой.

**4.17** Этанол эсвэл усгүй этанол (C2H5OH)

Этанолын нийт эзлэхүүний хэсгийн 95%, усгүй этанолын хувьд нийт эзлэхүүний 99.5% -иас багагүй байх

**4.18** Натрийн карбонат – Бура буюу тунсаагийн хольцыг холих (2+1)

2 эзэлхүүн усгүй натрийн карбонатыг 1 эзэлхүүн усгүй тунсаатай хольж бэлтгэсэн хольцыг таглаатай саванд хадгална.

**4.19 Стандарт цахиурын уусмал**

**4.19.1** Стандарт уусмал

Цахиурын диоксид (Шатаах зууханд 950-10000С урьдчилан 60 минутын турш шатаасан спектрийн цэвэр SiO2 ) –ыг 0.2000±0.0001 жинлэн авч 2 усгүй натрийн карбонатыг агуулсан цагаан алтан тигельрүү хийнэ. Хольцыг 15 минутын турш шатаах зууханд 950-10000С шатаана.Тасалгааны температурт хөргөсний дараа полиэтилен аяганд хайлсан хольцыг хийн 100мл буцлаж буй халуун усанд уусгана. Дараа нь уусмалаа 1000мл хэмжээст колбанд хийн эзэлхүүний зураас хүртэл нэрмэл ус нэмнэ. Дээрх стандарт уусмалаас 50мл –ийг пипеткээр хэмжин авч 500мл –ийн хэмжээст колбанд хийн эзэлхүүний зураас хүртэл нэрмэл ус нэмнэ. Полиэтилен саванд бэлтгэсэн уусмалыг юүлж дараагийн туршилтуудад хэрэглэнэ.Энэ уусмал нь миллитр тутамд 0.02 мг цахиур агуулна.

**4.19.2** Тооцооллын муруй

Пипеткээр тус бүр 0.мл, 2.00мл, 4.00 мл, 5.00 мл, 6.00 мл, 8.00 мл, 10.00мл эзэлхүүнтэйгээр цахиурын стандарт уусмалаас (0.02мг/мл) аван 100 мл-ийн эзэлхүүнтэй шилэн аяганд хийнэ.Тус бүрийг 40мл орчим усаар шингэлнэ. Үүний дараа 5мл давсны хүчлийг (4.8.2) нэмнэ. 8мл этанол (4.17) ба 6мл аммоны молибдат (4.15)-ын уусмалыг шууд холино. 30 минутын дараа 20мл давсны хүчлийн уусмал (4.8.1), 5мл аскорбины хүчлийн уусмалаас (4.16) нэмж холино. 60 минутын дараа уусмалын шингээлтийг 10мл-ийн кюветээр 660нм долгионы мужид спектрофотометрээр тодорхойлно. Усыг харьцуулах уусмалаар авна.

**4.20** Натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмал (0.15моль/л)

**4.20.1** Стандарт титрийн уусмал бэлтгэх

30г натрийн гидроксидыг усанд уусган 5л болтол нь усаар шингэлэн полиэтилен саванд бэлтгэсэн уусмалыг хадгална.

**4.20.2** Натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалын концентрацийг тодорхойлох. Фталийн хүчлийн калийн давс (C8H5KO4) –наас 0.8000±0.0001г масс (m2)-аар жинлэн авч 400мл шилэн аяганд хийнэ. Урьдчилан буцалгасан уснаас 200мл нэмэн фенолфталейны уусмалаас (4.2.1) 6-7дуслыг нэмэн натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалаар улаан өнгө үзүүлтэл титрлэнэ.

Дараах томьёогоор (1) натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалын концентрацийг тооцоолно.

$c (NaOH)=\frac{m\_{1}×1000}{V\_{1}×204.2}$ (1)

$c (NaOH$)- Натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалын концентраци (моль/л)

V1 – Натрийн гидроксидын стандарт уусмалын титрлэлтэнд зарцуулагдсан эзлэхүүн (мл)

m1 – Фталын хүчлийн калийн давс (г)

204.2 - Фталын хүчлийн калийн давсны молекул масс (моль/л)

**40.20.3** Натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмал дахь цахиурын титрийг тооцоолох. Натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмал дахь цахиурын титрийг (2) томьёог ашиглан тооцоолно:

$$T\_{SiO\_{2}}=c\left(NaOH\right)x15.02 (2)$$

$T\_{SiO\_{2}}-$Натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмал дах цахиурын титр (мг/мл)

c(NaOH) – Стандарт титрийн уусмал дах натрийн гидроксидын концентраци (моль/л)

15.02 -1/4 SiO2 молекул масс (10г/л)

**4.21** Фенолфталейн индикаторын уусмал

Бага зэргийн этанол (4.17)-д 1г фенолфталейныг уусган 100мл хүртэл шингэлнэ.

**5 Багаж хэрэгсэл, тоног төхөөрөмж**

**5.1** Аналитик жин, 0.0001 нарийвчлалтай

**5.2** 20-30 мл багтаамжтай шаазан буюу цагаан алтан тигель

**5.3** Силикагель агуулсан эксикатор

**5.4** Лабораторийн хатаах шүүгээ (110±5 0С температурын тохиргоо бүхий)

**5.5** Өндөр температурын шатаах зуух

Шатаах зуухны температурын нарийн хянагчтай байх температурын хяналтыг тогтмол хянах шаардлагатай. Хянах температур (950±50 0С температурын тохиргоо бүхий)

**5.6** Шүүлтүүрийн цаас (фильтрийн цаасны шүүх ширхэглэл хурдан, дундаж, удаан гэж ангилагдана. )

**5.7** Эзлэхүүний хэмжилттэй шилэн савнууд, хэмжээст колба, бюретка

**5.8** Спектрофотометр 10мм ба 20мм кюветээр 400нм ̴ 800нм долгионы мужид уусмалын шингээлтийг хэмжинэ.

**5.9** Чөлөөт цахиурын диоксидыг тодорхойлох багаж хэрэгсэл, тоног төхөөрөмж



1- Хяналтын систем 2-Холбогч эрэг 3-Багажны бүрхүүл 4- Дулааны танкын дотоод агуулах

5- Асбестон тусгаарлагч давхрага 6- Лабораторийн шилэн давхраган хаалт

7-Тавган хаалт бүхий цахилгаан зуух 8-Хаалтнуудын цогц 9- Температурыг хянагч

**Зураг 1** Чөлөөт цахиурын диоксидыг тодорхойлох бүдүүвч схем

**6 Дээж бэлтгэх**

GB/Т 2007.1 аргачлалын дагуу дээжийг авах ба лаборатори руу илгээгдэх дээжүүд нэгэн төрлийн байх хэрэгтэй. Квартет эсвэл скраперийн хэмжилтээр 100г орчим дээжийн хэмжээг жижиглэн 150$µ$m ширхэглэл бүхий шигшүүрээр шигшинэ. Шигшүүрт үлдсэн металл төмрийг соронзоор татаж авна. Бүх шигшүүрийн үлдэгдэл шороогоо 150$µ$m ширхэглэл бүхий шигшүүрээ ашиглан шигшинэ. Бэлтгэсэн нарийн ширхэглэл бүхий дээжийг цуглуулж дээжийн саванд хийн дараагийн туршилтанд ашиглахаар хадгална.

**7 Чөлөөт цахиурын диоксидыг тодорхойлох (1-р арга)**

**7.1** **Ерөнхий зарчим**

Туршилтын дээжин дэх ууссан цахиурыг фосфорын хүчилд уусган үүний дараа шүүж, шатаах ба калийн карбонаттай хайлуулснаар тунадас үүснэ. Чөлөөт цахиурын диоксидын агуулга калийн фторт силикатын аргаар хэмжигдэнэ. Энэ арга нь чөлөөт цахиурын диоксидын агуулга 5% -иас ихгүй үед тохиромжтой арга юм.

**7.2** **Туршилтын явц**

**7.2.1**  Дээжээс 0.5000±0.0001г нарийвчлалтайгаар хэмжин авч 200мл хуурай шилэн аяганд хийн 10 мл нэрмэл ус хийн 5-10 минутын турш хутгана. Үүний дараа 30 мл (4.1) фосфорын хүчлээс байнгын хутгалтайгаар нэмж бэлтгэсэн уусмалыг цагийн шилээр таглаж чөлөөт цахиурын диоксидыг тодорхойлох багажиндаа (5.9) шилэн аягатай дээжээ хийнэ. Багажийг 240-2600С температурт 10 минутын турш халаана. Халаасны дараа 50-600С хүртэл хөргөн нэрмэл усаар угаана. 60-700С температуртай 100мл халуун ус нэмэн сайтар хутгасны дараа 10 мл фторт борын хүчлийг (4.4) нэмсний 1- 2 удаа хутган 30 минутын турш 50-600С температурт тогтмол байлгана. Удаан шүүгч шүүлтүүрээр шүүн, шилэн аяга болон тунадасыг давсны хүчлийн уусмалаар (4.14) 3 удаа угаана. Үүний дараа 10-аас илүү удаа халуун аммоны нитратын уусмалаар тунадасыг угааж шилэн аяганы ёроол болон ханыг давхар сайтар угаана. Дараа нь фильтрийн цаастай тунадасаа хамтад нь урьдчилан тогтмол жинтэй болгосон цагаан алтан тигельд хийн шатаах зууханд бага температурт үнсжүүлсний дараа 900-10000С температурт 1 цаг шатаана. Шатаасны дараа цагаан алтан тигелиэ тасалгааны температур болтол хөргөхийн тулд эксикаторт хөргөнө. Жин тогтмол болтол шатаалтыг давтан явуулж тогтмол болсны дараах тигель дэх үлдэгдэл цагаан үнсний массыг m1 – ээр авна.

**7.2.2** Натрийн карбонат болон бура буюу тунсааг (2+1) харьцаагаар 3 г–ыг хэмжин авч хольцыг (4.17) цагаан алтан тигельд хийн сайтар хольсны дараа 1 г хольцыг шилэн савхаар аван дээжийн гадаргууг бүрнэ.Тигелийн тагийг тавьж бага температурыг аажим өсгөн хөөс гарахгүй болсон тохиолдолд шатаах зуухны температурыг 950-10000С хүргэн 3 ̴ 5 минутын турш үргэлжлүүлэн хайлуулна. Хайлмал нь тигелийн дотор хананд тогтвортой наадсан байдаг учраас дээжтэй тигелиэ эргүүлэн байрлуулах хэрэгтэй. Ингээд хайлуулсны дараа тигелиэ тасалгааны температурт хөргөсний дараа тигель болон тагийг 100мл азотын хүчил (4.10)-тэй 300мл шилэн аяганд хийж, аажмаар буцалтал нь халаахад хайлмал нь хүчлийн уусмалд уусна. Таг болон тигелийг усаар угаана. Уусмалыг тасалгааны температур хүртэл хөргөн 250мл –хэмжээст колбанд хийн эзэлхүүнийг зураас хүртэл нэрмэл ус нэмж сайтар сэгсэрнэ.

**7.2.3** 100мл хэмжээст колба руу тодорхой хэмжээний уусмалыг пипеткээр аван хийж 40мл нэрмэл ус нэмнэ. Үүний дараа 5 мл давсны хүчил (4.8.2), 8 мл этанол (4.17), 6 мл аммоны молибдатын уусмал хийн сайтар холино. 30 минутын дараа 20мл давсны хүчил (4.8.1), 5 мл аскорбины хүчлийн уусмал (4.16) –ыг нэмж эзэлхүүний зураас хүртэл нэрмэл ус нэмэн сайтар холино. 60 минутын дараа уусмалын шингээлтийг 10мм кюветээр спектрофотометрээр 660нм долгионы мужид хэмжин, тооцооллын муруй (4.19.2)-аас цахиурын агуулгыг m2 –аар авна.

**7.3 Үр дүнг тооцоолох нь**

Дараах томьёоноос чөлөөт цахиурын диоксидын массын агуулгыг тооцоолно.

$X\_{SiO\_{2}}=\frac{m\_{2}x10}{mx 1000}x100$ (3)

$X\_{SiO\_{2}}$- чөлөөт цахиурын диоксидын массын хувь (%)

m2 – 25мл туршилтын дээжийн уусмалд агуулагдах цахиурын хэмжээ (мг)

m- Дээжийн масс (г)

**8** **Чөлөөт цахиурын диоксидыг тодорхойлох (2-р арга)**

**8.1** **Ерөнхий зарчим**

Туршилтын дээжин дэх ууссан цахиурыг фосфорын хүчилд уусган үүний дараа шүүж, шатаах ба калийн карбонаттай хайлуулснаар тунадас үүснэ. Чөлөөт цахиурын диоксидын агуулга калийн фторт силикатын аргаар хэмжигдэнэ.Энэ арга нь чөлөөт цахиурын диоксидын агуулга 5% -иас их үед тохиромжтой арга юм.

**8.2** **Туршилтын явц**

**8.2.1** 7.2.1 –тэй ижил зарчмаар туршилт явагдана.

**8.2.1** Усгүй 3г калийн карбонатыг (4.5) цагаан алтан тигельд хийн шилэн савхаар сайтар хутгана. Тигелийг таглаж 950-1000С температурт 5̴ 10 минут хайлуулна. Үүний дараа тасалгааны температурт хөргөн хайлмалыг халуун нэрмэл ус бүхий 300мл хуванцар саванд хийн тигель болон тагийг (хяналтын уусмалын эзлэхүүн 50мл ихгүй) угаана. Зориулалтын таглаагаар дээжтэй савыг таглан дээрээс нь 15мл концентрацитай азотын хүчлийг (4.2) тагийг хөдөлгөхгүйгэээр нэмнэ. Дараа нь тасалгааны температур хүртэл хөргөнө. 2г калийн хлоридыг пластик савхаар байнгын хутгалттайгаар хийн уусмалд уусгана. 10 мл калийн фторт уусмалыг байнгын хутгалттайгаар нэмэх ба нэмсний дараа 15 ̴ 20 минут турш 300С орчимд 1-2 дахин илүү хурдтайгаар хутган хөргөнө. Улмаар дундаж хурдтай шүүлтүүрийн цаасаар шүүх ба хатуу калийн хлорид ба тунадас нь савны ёроолд үлдэнэ. Тунадас болон хуванцар саваа калийн хлоридын уусмалаар (4.12) 3 удаа угаана. Хатуу калийн хлорид нь угаах процессоор уусах ба угаагч шингэний нийт хэмжээ 25мл-ээс ихгүй байна. Фильтрийн цаас болон тунадасаа өмнөх хуванцар савандаа хийнэ. Дараа нь 300С температурт калийн хлорид-этанолын уусмалаас (4.12) 15мл-ийг нэмэн мөн 1 мл фенолфталейнийг савны ханыг дагуулан нэмнэ. Хуванцар аяганд фильтрийн цаас таран цэвэрлэгдээгүй хүчил нь натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалаар (4.20) саармагжих ба болгоомжтойгоор хутган фильтрийн цаасыг цуглуулан шахах ба аяганы ханыг уусмалын өнгө улаан болох хүртэл угаана. Шүүх үйл явц нь үлдэгдэл хүчил нь калийн фторт силикатын тунадасны гидролизод орохоос урьдчилан сэргийлэхийн тулд угаах, саармагжих процессыг хурдан хийх хэрэгтэй. Ойролцоогоор 200мл буцламтгай халуун нэрмэл усыг (фенолфталейны өнгө улаан болох үед натрийн гидроксидын уусмал саармагжина) аяга руу хийх хэрэгтэй. Аяган дахь уусмалыг натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалаар (4.20) улаан болтол нь титрлэнэ.

**8.3 Үр дүнг тооцоолох нь**

Дараах томьёоноос чөлөөт цахиурын диоксидын массын агуулгыг тооцоолно.

$X\_{SiO\_{2}}=\frac{T\_{SiO\_{2}}xV\_{2}}{mx 1000}x100$ (3)

$X\_{SiO\_{2}}$- чөлөөт цахиурын диоксидын массын хувь (%)

$T\_{SiO\_{2}}$ Натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмал дах цахиурын титр(мг/мл)

V2 – Титрлэлтэнд зарцуулагдсан натрийн гидроксидын титрийн уусмалын эзэлхүүн (мл)

m- Дээжийн масс (г)

**9 Химийн шинжилгээний арга. Үр дүнгийн таарц ба тохирцын хязгааруудыг тодорхойлох**

**9.1** Чөлөөт цахиурын диоксидын агуулга 5% -иас ихгүй байх үед:

Таарцын хязгаар 0.2 %,

Тохирцын хязгаар 0.3 %

**9.2** Чөлөөт цахиурын диоксидын агуулга 5% -иас их байх үед:

Таарцын хязгаар 0.5 %,

Тохирцын хязгаар 1.00 %

**ТӨГСӨВ.**