ГОСТ 14657.1—96
(ИСО 6606—86)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БОКСИТ

Метод определения потери массы при прокаливании

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом 99 «Алюминий», Всероссийским алюминиево-магниевым институтом (АО ВАМИ)

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Украина	Госстандарт Украины

3 Приложение А настоящего стандарта представляет собой полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 6606—86 «Алюминиевые руды. Определение потери массы при 1075 °С. Гравиметрический метод»

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 17 декабря 1997 г. № 415 межгосударственный стандарт ГОСТ 14657.1—96 (ИСО 6606—86) введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1999 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 14657.1—78

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БОКСИТ

Метод определения потери массы при прокаливании

Bauxite. Method for determination of loss of mass on ingnition

Дата введения 1999—01—01

1 Назначение и область применения

Настоящий стандарт распространяется на боксит и устанавливает гравиметрический метод определения потери массы при прокаливании при массовой доле от 10 % до 30 %.

Метод основан на прокаливании предварительно высушенной навески боксита при температуре 1100 °С до постоянной массы.

Гравиметрический метод определения потери массы при 1075 °С по ИСО 6606—86 приведен в приложении А.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 14657.0—96 (ИСО 8558—85) Боксит. Общие требования к методам химического анализа

ГОСТ 24104—88* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные, стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

3 Общие требования

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 14657.0.

4 Аппаратура

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, 2-го класса точности.

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева до 1100 °С.

Эксикатор по ГОСТ 25336, заполненный осушителем.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

5 Проведение анализа

5.1 В предварительно прокаленный 15 мин при температуре (1100±20) °С и охлажденный в эксикаторе взвешенный платиновый тигель помещают навеску массой 1 г.

---

* С 1 июля 2002 г. вводится в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное

Тигель с навеской помещают в муфельную печь, нагретую не выше 100 °С, затем повышают температуру печи до (1100±20) °С и прокаливают содержимое тигля 1 ч.

Тигель с остатком охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Повторные прокаливания проводят в течение 30 мин до получения постоянной массы.

Масса считается постоянной, если разность результатов двух последующих взвешиваний не превышает 0,0005 г.

6 Обработка результатов

6.1 Массовую долю потери массы при прокаливании (X), %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100,$$

где m_1 — масса тигля с навеской до прокаливания, г;

m_2 — масса тигля с навеской после прокаливания, г;

m — масса навески боксита, г.

6.2 Результаты анализа рассчитывают до второго и округляют до первого десятичного знака.

6.3 Допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля потери массы при прокаливании в боксите,%	Допускаемое расхождение,% абс.	
	Сходимость	Воспроизводимость
От 10,0 до 20,0 включ.	0,2	0,3
Св. 20,0 » 30,0 »	0,3	0,4

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Определение потери массы при 1075 °С. Гравиметрический метод (ИСО 6606—86)

А.0 Введение

При нагревании алюминиевые руды претерпевают потерю массы. При температуре до 110 °С потери происходят за счет гигроскопической влаги. При более высоких температурах потеря массы происходит, главным образом, за счет диссоциации гидроксидов алюминия и железа и в меньшей степени диссоциации более мелких составляющих.

Общая потеря массы зависит от температуры и продолжительности нагрева. Отсутствуют условия, при которых потеря массы приходится только на воду (гигроскопическую или связанную).

Для испытания выбрана температура 1075 °С, обусловленная такими факторами, как характеристика печи и абсорбция воды пробой при охлаждении.

Потерю массы при прокаливании рассчитывают по отношению к высушенной пробе.

Навеску пробы нагревают сначала до (375±25) °С, а в конце испытания — до (1075±25) °С и определяют потерю массы. Тигель должен быть неплотно накрыт крышкой и оставаться закрытым при последующих операциях. Наличие крышки способствует получению воспроизводимых результатов, исключает возможность таких случайных воздействий, как попадание в тигель кусочков футеровки печи при нагреве, и не мешает сохранению условий окисления в тигле.

А.1 Назначение и область применения

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения потери массы аналитических проб алюминиевых руд при нагревании до постоянной массы при 1075 °С. Метод применим для алюминиевых руд, потери массы которых находятся в пределах 10—30 %.

А.2 Ссылка

ИСО 8557—85 Алюминиевые руды. Определение гигроскопической влаги в аналитических пробах. Гравиметрический метод

А.3 Сущность метода

Нагревание навески пробы во взвешенном тигле в печи при (375±25) °С в течение 10 мин. Перенос закрытого тигля во вторую печь с температурой (1075±25) °С и нагрев до постоянной массы. Коррекция полученной потери массы на первоначальное содержание гигроскопической влаги.

А.4 Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура и указанная в А.4.1—А.4.5.

А.4.1 Поддоны из инертного материала с размерами, обеспечивающими размещение требуемого количества пробы слоем плотностью 5 мг/мм^2.

А.4.2 Платиновый тигель с диаметром верхней части около 30 мм, диаметром днища 20 мм и глубиной 35 мм с соответствующей платиновой крышкой.

А.4.3 Печи электрические, обеспечивающие температуру нагрева (375±25) °С и (1075±25) °С, с постоянным воздухообменом внутри печи.

А.4.4 Весы с точностью взвешивания до 0,0001 г.

А.4.5 Эксикатор, содержащий свежий тетраоксихлорат магния или активированный глинозем.

Примечания

1 Активированный глинозем активируют нагреванием при (300±10) °С в течение 12 ч.

2 При удалении тетраоксихлората магния следует смывать раковину обильным количеством воды.

А.5 Отбор и подготовка проб

А.5.1 Пробы

Лабораторные пробы отбирают и измельчают до размера частиц, проходящих через аналитическое сито с размером ячеек 150 мкм.

А.5.2 Подготовка пробы

Отбирают приблизительно 10 г лабораторной пробы и помещают на плоский поддон (А.4.1). Разравнивают пробу до получения слоя плотностью около 5 мг/мм^2 и уравновешивают с атмосферой лаборатории не менее 2 ч.

А.6 Проведение анализа

А.6.1 Количество определений

Проводят два параллельных определения на каждой пробе руды.

Примечание — Методика проведения холостого и контрольного опытов в данном методе отсутствует.

А.6.2 Подготовка тигля и навески пробы

Платиновый тигель и крышку (А.4.2) нагревают в течение 15 мин в печи (А.4.3) с температурой (1075±25) °С. Извлекают закрытый тигель из печи и помещают в эксикатор (А.4.5) на 1 ч для охлаждения до комнатной температуры. После охлаждения как можно быстрее взвешивают тигель с крышкой с точностью до 0,0002 г.

Приблизительно (1±0,01) г анализируемой пробы помещают в платиновый тигель, разравнивают ее по дну тигля, устанавливают на место крышку и взвешивают тигель, крышку и пробу с точностью до 0,0002 г. Записывают массу навески пробы (m_1).

Одновременно взвешивают навески для определения гигроскопической влаги по ИСО 8557.

А.6.3 Определение потери при прокаливании

Тигель с содержимым, неплотно закрытый крышкой, помещают в печь (А.4.3) с температурой (375±25) °С и нагревают (10±1) мин.

Переносят тигель с содержимым, неплотно закрытый крышкой, в печь с температурой (1075±25) °С и нагревают (60±2) мин.

Извлекают тигель с содержимым из печи, плотно закрывают крышку тигеля и помещают в эксикатор на 1 ч для охлаждения до комнатной температуры. После охлаждения как можно быстрее взвешивают тигель с содержимым и крышкой с точностью до 0,0002 г.

Примечание — Перед каждым взвешиванием проверяют наружную поверхность тигля и крышки и при необходимости очищают их щеткой.

Тигель с содержимым, закрытый крышкой, снова устанавливают в печь с температурой (1075±25) °С и нагревают (30±2) мин. Охлаждают тигель с содержимым и крышкой в эксикаторе 1 ч и снова взвешивают.

Если разность результатов взвешиваний после первого и второго нагреваний при температуре 1075 °С превышает 0,0005 г, повторяют нагревание, охлаждение и взвешивание до получения расхождения между результатами последовательных взвешиваний не более 0,0005 г.

Используют максимальную массу тигля, крышки и содержимого для расчета минимальной массы нагреваемой навески пробы (m_2).

А.7 Обработка результатов

А.7.1 Потерю массы при прокаливании *ППП*, %, вычисляют по формуле

$$ППП = \left[\frac{100\,(m_1 - m_2)}{M_1} - H\right] \cdot \frac{100}{100 - H},$$

где m_1 — масса навески пробы, г;

m_2 — масса навески пробы после нагревания, г;

H — массовая доля гигроскопической влаги уравновешенной пробы, %.

А.7.2 Общая обработка результатов

А.7.2.1 *Точность*

Сходимость, воспроизводимость и индекс воспроизводимости приведены в таблице.

Проба	Средняя потеря массы при 1075 °С, %	Компоненты стандартного отклонения		Индекс воспроизводимости $2S$
		Сходимость S_w	Воспроизводимость S_b	
МТ/12/12	14,47	0,064	0,215	0,45
МТ/12/4	25,24	0,050	0,126	0,27
МТ/12/1	26,43	0,090	0,101	0,27
МТ/12/9	27,53	0,078	0,195	0,42

где S_w — стандартное отклонение внутри лаборатории;

S_b — стандартное отклонение между лабораториями.

А.7.2.2 *Критерий оценки правильности результатов анализа*

Результат анализа принимают, если разность двух значений для одной пробы не превышает 2,77 S_w при расчете из соответствующего значения S_w, приведенного в таблице.

Если абсолютная разность двух значений для одной пробы составляет более 2,77 S_w, проводят дополнительные определения для пробы или дополнительный анализ пробы.

А.7.2.3 *Расчет окончательного результата*

За окончательный результат принимают среднеарифметическое результатов анализа проб, рассчитанное до четвертого и округленное до второго десятичного знака следующим образом:

а) если цифра третьего десятичного знака меньше 5, ее отбрасывают, а цифру второго десятичного знака оставляют без изменения;

б) если цифра третьего десятичного знака 5, а четвертый десятичный знак любая цифра, кроме 0, или если цифра третьего десятичного знака больше 5, цифру второго десятичного знака увеличивают на единицу;

в) если цифра третьего десятичного знака 5, а четвертый десятичный знак 0, цифру 5 отбрасывают, а цифру второго десятичного знака оставляют без изменения, если она 0, 2, 4, 6 или 8 и увеличивают на единицу, если она 1, 3, 5, 7 или 9.

А.8 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

1) необходимые данные для определения пробы;
2) ссылку на настоящий стандарт;
3) результат анализа;
4) порядковый номер результатов;
5) любые особенности, отмеченные в процессе анализа, и любые операции, влияющие на результаты и не предусмотренные настоящим стандартом.

МКС 73.060 А39 ОКСТУ 1711

Ключевые слова: боксит, испытание, потеря массы при прокаливании

gost.e-ecolog.ru