МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32279– 2013 (ISO 2596: 2006)

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ

Методы определения гигроскопической влаги

(ISO 2596:2006, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») и Техническим комитетом по стандартизации ТК 378 «Руды железные, марганцевые и хромовые» на основе аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14.11.2013 № 44-2013)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Код страны по МК (ИСО 3188) 004-97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова – Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ISO 2596:2006 Iron ores – Determination of hydroscopic moisture in analytical samples – Gravimetric, Karl Fisher and mass-loss methods (Руды железные. Определение гигроскопической влаги в аналитических образцах. Гравиметрический метод, метод Карла Фишера).

Официальные экземпляры международных стандартов, на основе которых подготовлен настоящий межгосударственный стандарт и на которые даны ссылки, имеются в Федеральном агентстве по техническому регулированию и метрологии.

Перевод с английского языка (en).

Степень соответствия – модифицированная (MOD).

Ссылки на международные стандарты, которые приняты в качестве межгосударственных стандартов, заменены в разделе «Нормативные ссылки» и в тексте стандарта ссылками на соответствующие модифицированные межгосударственные стандарты.

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22.11.2013 № 2042-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32279–2013 (ISO 2596:2006) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

6 ВЗАМЕН ГОСТ 23581.1-79

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет.

© Стандартинформ, 2014

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии.

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ

Методы определения гигроскопической влаги

Iron ores, concentrates, agglomerates and pellets.
Method for determination of hygroscopic water content

Дата введения 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на руды железные, концентраты, агломераты и окатыши и устанавливает методы определения содержания гигроскопической влаги.

Метод 1 — гравиметрический метод при массовой доле от 0,1 % до 10%. Гигроскопическую влагу устанавливают одновременно с другими компонентами для расчета их массовой доли в сухом веществе.

Однако для определения типов руд с элементами, имеющими концентрацию более 10 %, метод 1 может давать ошибочные результаты. В таких случаях для пересчета содержания других компонентов руды на сухую пробу необходимо выполнять прямое определение содержания гигроскопической влаги.

Метод 2 – гравиметрический и метод 3 – Карла Фишера устанавливают определение содержания гигроскопической влаги в рудах железных, концентратах, агломератах и окатышах в диапазоне от 0,05 % до 6 %:

Методы 2 и 3 применяют для определения гигроскопической влаги при содержании элементов (в пересчете на сухую навеску) более 10 % в следующих типах руд:

а) обработанных, с содержанием металлического железа (прямого восстановления);

б) природных и продуктов их обработки с содержанием серы более 0,2 %;

в) природных и продуктов их обработки с содержанием связанной воды более 2,5 %.

Результаты определения гигроскопической влаги, полученные в соответствии с настоящим стандартом, не являются аттестуемой характеристикой.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.019-79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.2.003-91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.3.002-75 Система стандартов безопасности труда. Процессы производственные. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.021-75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 450-77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 3652-69 Реактивы. Лимонная кислота моногидрат и .безводная. Технические условия

ГОСТ 3956-76 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 4165-78 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 6995-77 Реактивы. Метанол-яд.Технические условия
ГОСТ 8984-75 Силикагель-индикатор. Технические условия
ГОСТ 9293-74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия
ГОСТ 15054-80 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы отбора и подготовки проб для химического анализа и определения содержания влаги
ГОСТ 19710-83 Этиленгликоль. Технические условия
ГОСТ 23581.0-2013 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Общие требования к методам химического анализа
ГОСТ 23932-90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия
ГОСТ 24104—20011) Весы лабораторные. Общие технические требования
ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 28498-90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний
ГОСТ 29251-91 (ИСО 385-1-84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1 Общие требования

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по стандарту [1] 2).

4 Общие требования

4.1 Требования безопасности к:
- воздуху рабочей зоны – по ГОСТ 12.1.005;
- электробезопасности – по ГОСТ 12.1.019;
- оборудованию производственному (общие требования) – по ГОСТ 12.2.003;
- оборудованию производственному (эргономические требования) – по ГОСТ 12.2.049;
- производственным процессам – по ГОСТ 12.3.002;
- пожарной безопасности - по ГОСТ 12.1.004;
- вентиляционным системам – по ГОСТ 12.4.021

4.2 Требования к квалификации исполнителей

К выполнению анализов и (или) обработке результатов допускаются лица, прошедшие профессиональную. подготовку, владеющие техникой количественного химического анализа и основами его метрологического обеспечения.

---

1) *На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53288—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования*

2) *На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 52361-2005 Контроль объекта аналитический. Термины и определения*

5 Метод 1 – гравиметрический

5.1 Сущность метода

Метод основан на высушивании навески руды, концентрата, агломерата или окатышей в сушильном шкафу при температуре (105±2) °С до получения постоянной массы.

5.2 Требования к средствам измерений, испытательному и вспомогательному оборудованию, материалам, реактивам и растворам

- Шкаф сушильный с электрообогревом и терморегулятором, обеспечивающий температуру (103-110) ^{0}С;
- термометр ртутный технический стеклянный с ценой деления не более 2 °С по ГОСТ 28498;
- стаканы для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 23932 и ГОСТ 25336;
- эксикатор по ГОСТ 23932 и ГОСТ 25336;
- кальция хлорид обезвоженный (прокаленный при (700 - 800) °С или плавленный) для заполнения эксикатора по ГОСТ 450;
- силикагель-индикатор по ГОСТ 8984.

5.3. Подготовка к проведению анализа

Отбор и подготовка проб по ГОСТ 15054.

5.4 Проведение анализа

5.4.1 Масса навески воздушно-сухой пробы руды, концентрата, агломерата или окатыша в зависимости от предполагаемого содержания гигроскопической влаги указана в таблице 1.

Таблица 1

Массовая доля гигроскопической влаги, %	Масса навески, г
От 0,1 до 0,5 включ.	5
Св. 0,5 » 1 »	3
» 1 » 3 »	2
» 3 » 10 »	1

5.4.2 Навеску помещают в бюксу, предварительно высушенную при (105±2) °С до получения постоянной массы и взвешенную, выдерживают в сушильном шкафу при (105±2) °С в течение 1 ч, затем бюксу закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе в течение 20—25 мин и взвешивают. Перед взвешиванием крышку приоткрывают и затем быстро закрывают.

Высушивание повторяют в течение 25—30 мин до получения постоянной массы. Если при повторном процессе она увеличивается, то за окончательную величину принимают ее первоначальное значение.

5.5 Обработка результатов

5.5.1 Массовую долю гигроскопической влаги *(X)* в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где m_1 – масса навески с бюксой до высушивания, г;
m_2 – масса навески с бюксой после высушивания, г;
m – масса навески, г.

6 Метод 2 - гравиметрический

6.1 Сущность метода

Приведение анализируемого образца в равновесие с лабораторной атмосферой (сушка до воздушно сухого состояния). Нагревание пробы при (105±2) ^{0}С в токе сухого азота и поглощение освобождающейся влаги в трубке, содержащей осушитель. Измерение увеличения массы поглотительной трубки.

6.2 Требования к средствам измерений, испытательному и вспомогательному оборудованию, материалам, реактивам и растворам

- Поглотитель: безводный перхлорат магния $Mg(ClO_4)_2$ по ТУ [2] с размером

частиц 0,8-1,25 мм или другой с эквивалентной эффективностью поглощения. Один и тот же поглотитель должен использоваться в осушительной колонке и поглотительных трубках, поскольку поступающий азот и газ, выходящий из системы, необходимо высушить до одинаковой степени. Поглотитель в осушительной колонке и поглотительных трубках должен быть свежим (не следует полагаться на его самоиндикацию);

Примечание - Перхлорат магния является сильным окислителем, поэтому не должен соприкасаться с органическими веществами. После отработки его необходимо смыть струей воды в раковину.

- силикагель по ГОСТ 8984;
- сульфат меди (II) 5-водной $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ по ГОСТ 4165, измельченный до размера приблизительно 1 мм;
- азот по ГОСТ 9293: профильтрованный, предварительно высушенный, не содержащий масел и содержащий менее 10 см^3 кислорода на 1 дм^3, под давлением приблизительно на 35 кПа выше атмосферного;
- необходимая для определения установка, представленная на рисунке 1;
- весы лабораторные по ГОСТ 24104 (высокого (II) класса точности) или другого типа, обеспечивающие погрешность взвешивания не более ± 0,0002 г;
- печь предпочтительно в виде металлического алюминиевого блока, способная вместить одну или несколько стеклянных осушительных трубок и поддерживать температуру (105±2) ^{0}С на участке трубки длиной не менее 160 мм;
- стеклянные осушительные трубки и соединительные детали, как показано на рисунке 2;
- осушительные колонки вместимостью 250 см^3, одна из которых заполнена силикагелем, а вторая – поглотителем для высушивания потока азота, поступающего в осушительную трубку;
- расходомеры, способные измерять скорость потока газа в диапазоне от 100 до 200 см^3/мин. Если для такого измерения используется величина падения давления, то жидкость в манометре должна представлять собой нелетучее масло;

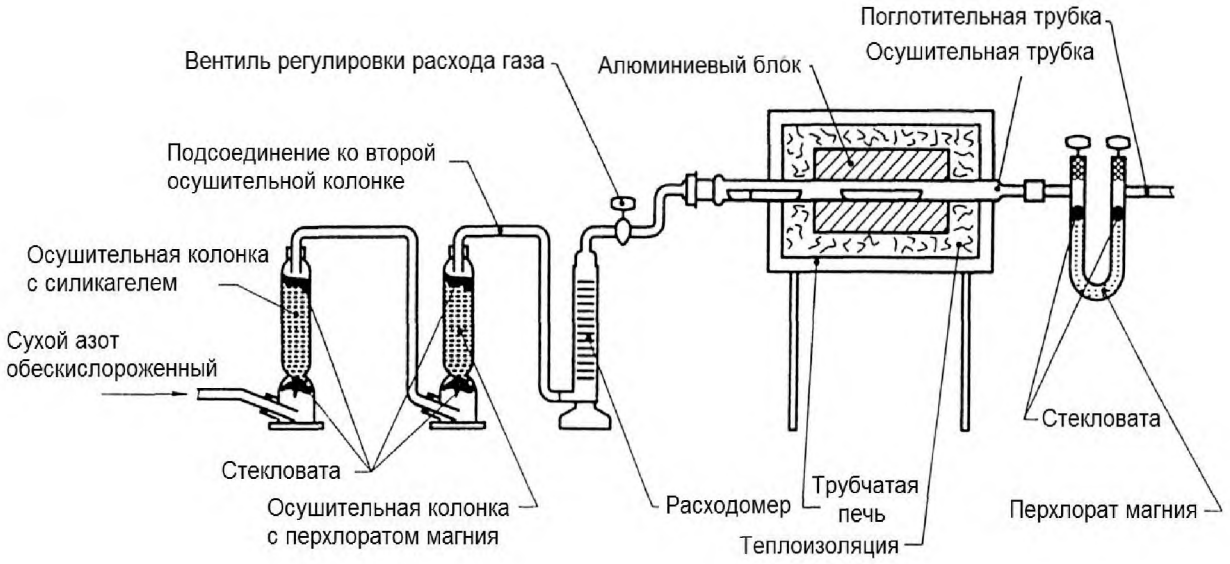

Рисунок 1 - Установка для определения гигроскопической влаги. Метод 1 - (гравиметрический)

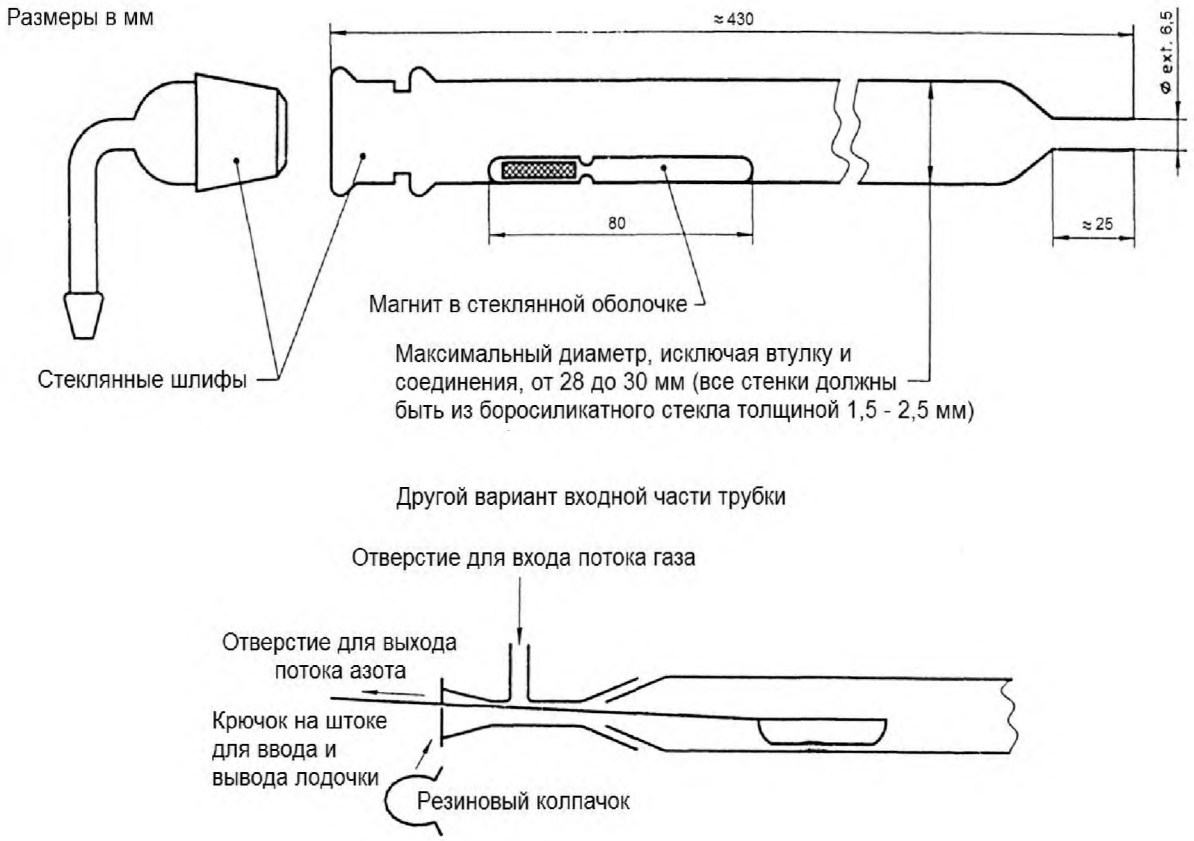

Рисунок 2 - Осушительная трубка

- поглотительные трубки соответствующей конструкции, способные вмещать достаточное количество поглотителя для полного удаления влаги из потока азота, должны иметь перекрываемые входные и выходные соединительные детали с точным направлением потока газа (наиболее подходят U-образные трубки). Поглотитель должен быть уплотнен, чтобы избежать проскока газа, и удерживаться на месте пробками из стекловаты;

- лодочки для проб из инертного и устойчивого материала, такого как стекло, коррозионностойкая сталь или фарфор (приблизительные размеры 100 х 20 х 10 мм).

Заполнение пробой не должно превышать 1,5 мг/мм^2. Перед применением лодочки высушивают примерно при 110^0 С, затем охлаждают и хранят в эксикаторе;

- фильтрующие диски из пористого металла, стекла или из другого подобного материала, вставленные в гибкие соединительные детали между осушительными трубками и вводами в поглотительную ячейку;

- гибкие соединительные трубки (наиболее подходят эластичные трубки из неопрена – синтетического хлорпренового каучука). Некоторые типы силиконовых трубок являются газопроницаемыми. Их длина в системе газопровода после осушительных колонок должна быть минимальной, следует использовать только для соединения стеклянных трубок встык;

- игольчатые клапаны для регулирования потока газа, размещенные на его выходе из каждого расходомера;

6.3. Подготовка к проведению анализа

Отбор и подготовка проб по ГОСТ 15054.

6.4 Подготовка к анализу

6.4.1 Подготовка поглотительной трубки

Доводят температуру осушительных трубок до (105±2) 0С и поддерживают ее на этом уровне на стадиях, как указано в 6.4.1-6.4.3. Регулируют скорость потока азота через осушительную трубку до постоянной величины 150 - 200 см3/мин. Соединяют закрытую поглотительную трубку с пустой осушительной и проверяют систему на герметичность (нулевой поток). Открывают краны поглотительной трубки, при необходимости повторно регулируют скорость потока, и пропускают азот через осушительную трубку в течение 15 мин.

Примечание - Подготовку поглотительной трубки выполняют только перед началом работы.

6.4.2 Взвешивание поглотительной трубки

Закрывают краны поглотительной трубки, начиная с выпускного, и прекращают подачу азота. Отсоединяют поглотительную трубку и закрывают выходное отверстие осушительной трубки. Обтирают поглотительную трубку чистой сухой тканью без волокон и выдерживают в течение 20 мин в комнате для взвешивания. Открывают ее краны на короткое время для выравнивания давления и взвешивают с точностью до 0,001 г.

6.4.3 Холостой опыт

Присоединяют взвешенную поглотительную трубку, устанавливают первоначальную скорость подачи азота, проверяют систему на герметичность и открывают краны.

Быстро открывают осушительную трубку, помещают пустую лодочку для пробы у входа в нагретую зону и вставляют магнитный стержень, затем закрывают трубку и продвигают лодочку к центру печи с помощью магнита.

Примечания:

1 При установке лодочки в осушительную трубку, как указано в 6.4.1-6.4.3, следует применять меры предосторожности для предотвращения доступа влаги в нее из внешней среды.

2 В качестве варианта изоляции от внешней среды можно использовать осушительную трубку с зауженным входным отверстием и стержень с крючком для введения лодочки. При этом стержень должен вынимаься и входное отверстие быстро, насколько это возможно, закрываться.

Через 2 ч поглотительную трубку взвешивают.

Увеличение ее массы в холостом опыте должно быть минимальным и не превышать 0,002 г.

Чтобы гарантировать постоянство его величины, определение повторяют после анализа испытуемой пробы.

6.4.4 Проверочный опыт

П р и м е ч а н и е - Проверочный опыт проводят при первом введении в действие всей установки, замене оборудования и операторов или при регулярной проверке работы поглотительных трубок.

После получения удовлетворительных результатов для холостого опыта в эту же предварительно охлажденную лодочку помещают навеску от 0,1000 до 0,2000 г сульфата меди (II) с точностью до 0,0002 г.

Количество влаги в навеске должно приблизительно соответствовать ее предполагаемому максимальному содержанию в анализируемой пробе.

Проводят анализ в соответствии с 6.4.3, используя лодочку с навеской сульфата меди (II). Увеличение массы поглотительной трубки с поправкой на величину холостого опыта будет соответствовать содержанию влаги, выделившейся из навески в диапазоне от 28,5 % до 29,2 %. Если полученная величина не соответствует указанному диапазону, то следует установить причину отклонения.

6.5 Проведение анализа

После получения удовлетворительных результатов для холостого и проверочного (при необходимости) опытов берут одновременно навеску воздушно-сухой пробы (6.3) для определения анализируемого элемента в пересчете на сухую пробу и в соответствии с таблицей 2 – навеску для расчета гигроскопической влаги.

Та б л и ц а 2

Содержание гигроскопической влаги, %	Масса навески, г
От 0,01 до 2 включ.	2,0
Св. 2 » 6 »	1,0

Навеску помещают, равномерно распределяя ее, в предварительно высушенную лодочку. Затем проводят анализ в соответствии с 6.4.3 и устанавливают общее увеличение массы поглотительной трубки.

Определение гигроскопической влаги в аналитической навеске проводят каждый раз, когда устанавливают компонент, содержание которого необходимо пересчитать на сухую пробу. Полученные в разное время значения содержания гигроскопической влаги не усредняют, а используют индивидуально для внесения поправки в результат определения компонента, выполняемого с расчетом H2O+.

6.6 Обработка результатов

Содержание гигроскопической влаги (X) в процентах по массе вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(m_3 - m_4) \cdot 100}{m}, \quad (2)$$

где m3 – увеличение массы поглотительной трубки при анализе пробы, г;
m4 – увеличение массы поглотительной трубки при выполнении холостого опыта, г;
m – масса навески, г.

7 Метод 3– Карла Фишера

7.1 Сущность метода

Приведение анализируемого образца в равновесие с лабораторной атмосферой (сушка до воздушно сухого состояния). Нагревание навески в трубке при (105±2) ^{0}C в потоке сухого азота и поглощение выделяющейся влаги этиленгликолем. Определение содержания влаги титрованием раствором Карла Фишера с электрометрической индикацией точки эквивалентности.

7.2 Требования к средствам измерений, испытательному и вспомогательному оборудованию, материалам, реактивам и растворам

- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

- поглотитель: безводный перхлорат магния $Mg(ClO_4)_2$ по ТУ [2] с размером частиц 0,8-1,25 мм или другой подходящий поглотитель с эквивалентной эффективностью поглощения;

Примечание - Перхлорат магния является сильным окислителем, поэтому не должен соприкасаться с органическими веществами. После отработки его необходимо смыть струей воды в раковину.

- силикагель по ГОСТ 3956;

- сульфат меди (II) 5-водной $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ по ГОСТ 4165, измельченный до размера приблизительно 1 мм;

- натрий виннокислый 2-водный;

- метанол по ГОСТ 6995, раствор с водой;

Примечание - Метанол-яд,легко воспламеняющаяся жидкость. При проведении всех видов работ необходимо соблюдать общие санитарные правила.

- азот по ГОСТ 9293: профильтрованный, предварительно высушенный, не содержащий масел и содержащий менее 10 $см^3$ кислорода на 1 $дм^3$, под давлением приблизительно на 35 кПа выше атмосферного;

- этиленгликоль безводный (CH_2OHCH_2OH) по ГОСТ 19710;

- раствор Карла Фишера, 2,5-3,0 мг H_2O/ $см^3$, по ТУ [3];

- печь предпочтительно в виде металлического алюминиевого блока, способная вместить одну или несколько стеклянных осушительных трубок и поддерживать температуру (105±2) ^{0} С на участке трубки длиной не менее 160 мм;

- стеклянные осушительные трубки и соединительные детали, как показано на рисунке 4;

- осушительные колонки вместимостью 250 $см^3$, одна из которых заполнена силикагелем, а вторая поглотителем для высушивания потока азота, поступающего в осушительную трубку;

- расходомеры, способные измерять скорость потока газа в диапазоне от 100 до 200 $см^3$/мин. Если для ее измерения используется величина падения давления, то жидкость в манометре должна представлять собой нелетучее масло;

- лодочки для проб из инертного и стабильного материала, такого как стекло, коррозионностойкая сталь или фарфор (приблизительные размеры 100 х 20 х 10 мм)

Заполнение пробой не должно превышать 1,5 мг/$мм^2$. Перед применением лодочки высушивают примерно при 110^0 С, затем охлаждают и хранят в эксикаторе;

- фильтрующие диски из пористого металла, стекла или из другого подобного материала, вставленные в гибкие соединительные детали между осушительными

трубками и вводами в поглотительную ячейку;

- гибкие соединительные трубки (наиболее подходят эластичные трубки из неопрена – синтетического хлорпренового каучука). Некоторые типы силиконовых трубок являются газопроницаемыми. Их длина в системе газопровода после осушительных колонок должна быть минимальной, следует использовать только для соединения стеклянных трубок встык;

- игольчатые клапаны для регулирования потока газа, размещенные на его выходе из каждого расходомера;

- поглотительная ячейка: стеклянная емкость, представленная на рисунке 5. Вводы платиновых электродов, бюреток и газа должны быть герметизированы, чтобы предотвратить попадание влаги в ячейку;

Примечание - Если для градуировки не используется раствор вода/метанол, то требуется вход в поглотительную ячейку только для одной бюретки.

- платиновые электроды в виде пары или двойного платинового электрода;

- магнитная мешалка и ротаторы (стержни для перемешивания) к ней;

- электротитратор, пригодный для титрования по методу Карла Фишера, снабженный микроамперметром (от 0,50 мкА) или эквивалентное ему средство измерения для электрометрической индикации конечной точки титрования;

- бюретки вместимостью 25 $см^3$ в соответствии ГОСТ 29251.

7.3 Подготовка к проведению анализа

Отбор и подготовка проб по ГОСТ 15054.

7.4 Подготовка к анализу

7.4.1 Установка титра раствора Карла Фишера по одному из реактивов:

а) раствор вода/метанол;

б) вода;

в) лимонная кислота, моногидрат $C(OH)(COOH)(CH_2COOH)_2 H_2O$;

г) натрий виннокислый 2-водный, $(CHOHCOONa)_2 2H_2O$.

Соответствующее количество одного из перечисленных реактивов помещают в поглотительную ячейку, содержащую этиленгликоль, предварительно оттитрованный до конечной точки в соответствии с 7.4.3. По результатам титрования рассчитывают коэффициент *F* в миллиграммах воды на кубический сантиметр раствора Карла Фишера.

Воду вводят через резиновый колпачок с помощью микрошприца.

Для введения лимонной кислоты или натрия виннокислого сначала снимают колпачок, пропускают через установку азот, добавляют реактив и затем вновь надевают его. Раствор вода/метанол вводят с помощью бюретки.

7.4.2 Подготовка установки

Доводят температуру осушительной трубки до (105±2) ^{0} С и поддерживают ее на этом уровне на стадиях, как указано в 7.4.2-7.5. Регулируют поток азота так, чтобы обеспечить его постоянную скорость через осушительную трубку в пределах

150 - 200 $см^3$/мин. Закрывают осушительные колонки и проверяют систему на герметичность (нулевой поток).

Соединяют выходы из каждой осушительной трубки с вводом в поглотительную ячейку и вновь регулируют скорость потока азота (при необходимости). Пропускают азот через систему в течение 10 мин для очистки и далее поддерживают этот поток в указанных пределах на стадиях согласно 7.4.3-7.4.5. Снимают резиновый колпачок с поглотительной ячейки, вводят в нее 40 $см^3$ этиленгликоля с помощью пипетки и вновь надевают колпачок.

Включают электротитратор и магнитную мешалку, регулируя ее скорость так, чтобы гарантировать достаточное перемешивание, и поддерживают установленную скорость в ходе титрования холостого и контрольного опытов и анализируемой пробы.

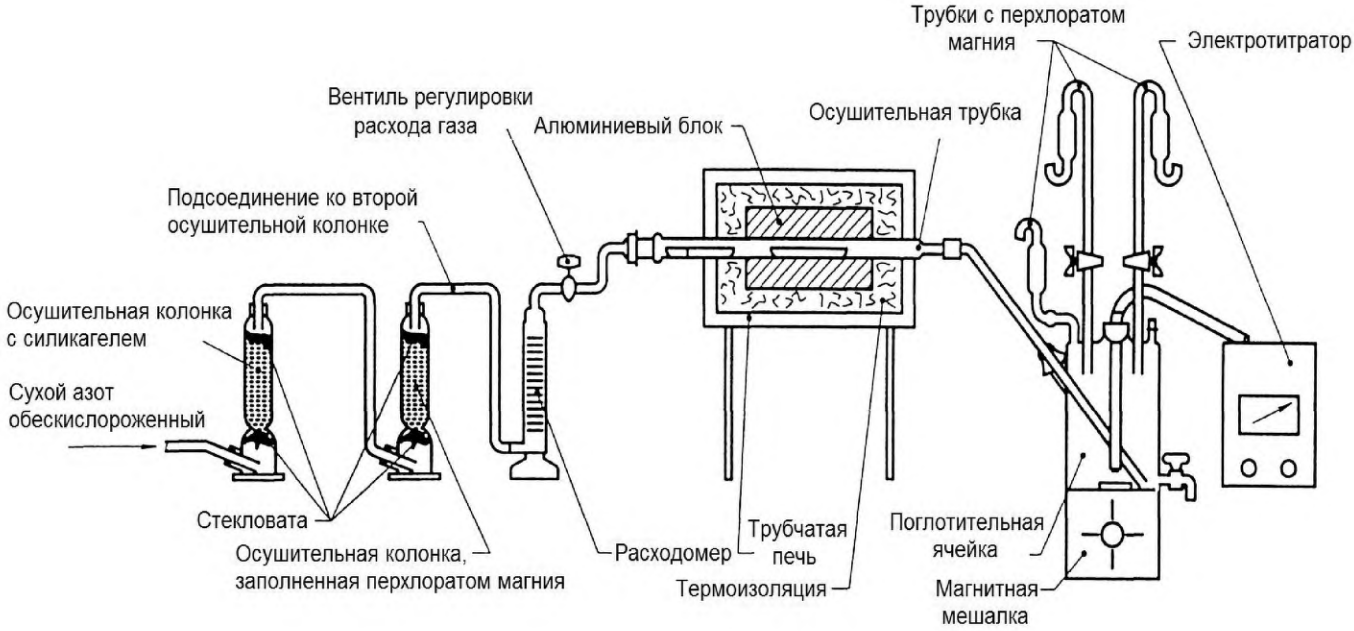

Рисунок 3 - Установка для определения гигроскопической влаги. Метод 3 - Карла Фишера

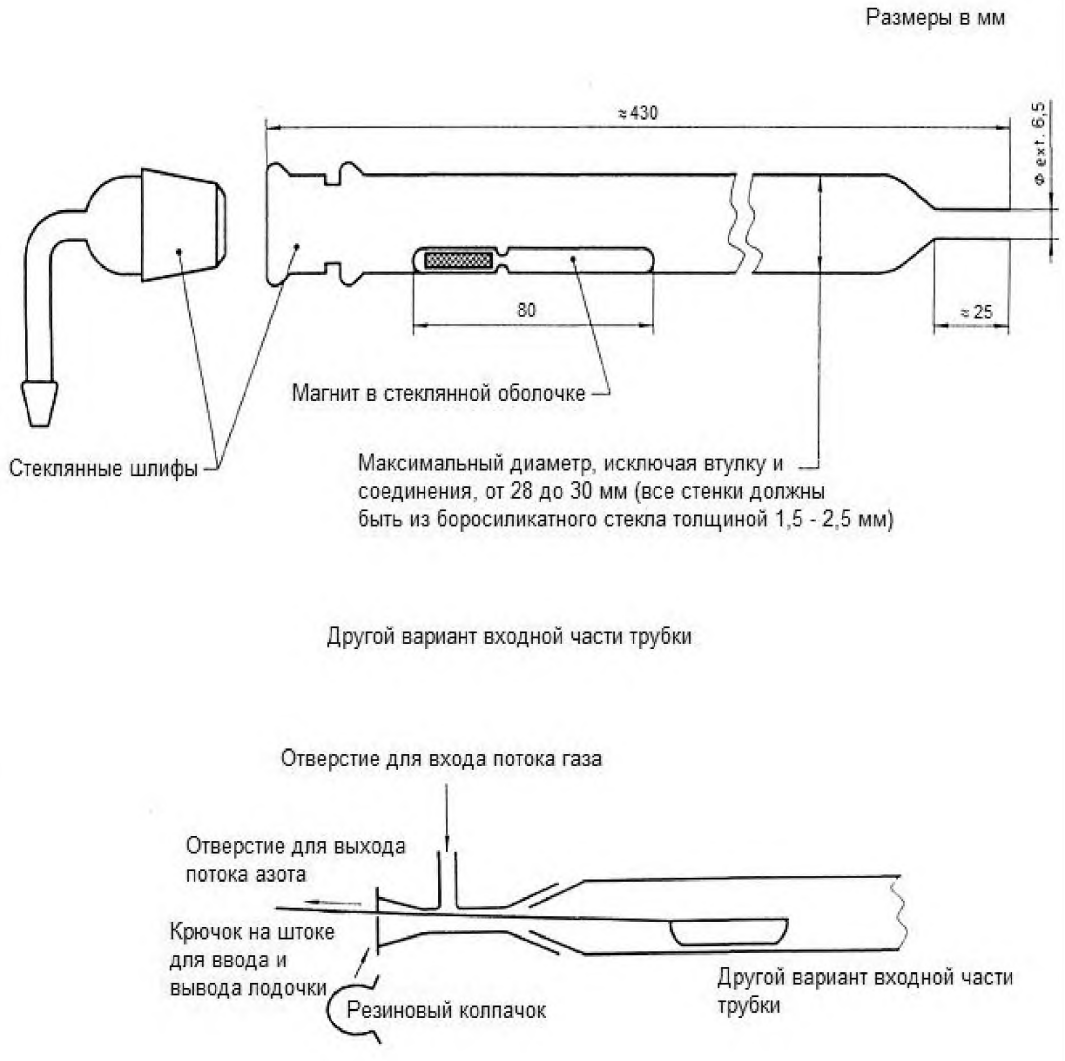

Рисунок 4 - Осушительная трубка

7.4.3 Титрование

Медленно добавляют раствор Карла Фишера в поглотительную ячейку, пользуясь бюреткой. О приближении конечной точки титрования свидетельствует быстрое нарастание силы тока, обусловленное присутствием свободного йода в избытке раствора Карла Фишера. Величину тока в момент быстрого роста, которая должна быть постоянной в течение 20 с, выбирают в качестве конечной точки титрования (30-40 мА).

Размеры в мм

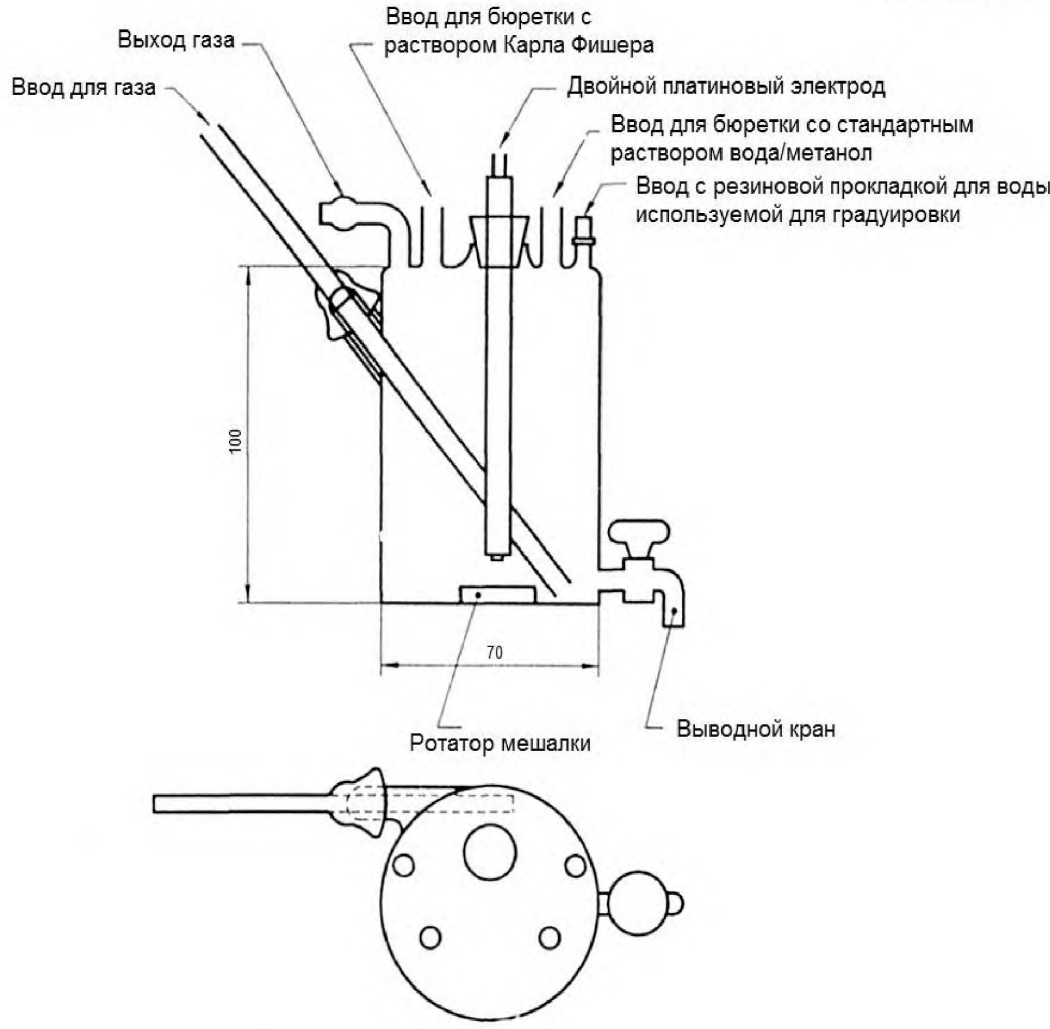

Рисунок 5 - Поглотительная ячейка

Раствор поглотителя необходимо титровать до выбранной конечной точки непосредственно перед титрованием всех анализируемых растворов.

7.4.4 Холостой опыт

Быстро открывают осушительную трубку, помещают пустую лодочку для пробы в начало нагреваемой зоны и вставляют магнитный стержень. Быстро закрывают осушительную трубку и подвигают лодочку к центру печи, пользуясь магнитом.

Примечания:

1 При установке лодочки в осушительную трубку согласно 7.4.3, 7.4.4 и 7.4.5 следует применять меры предосторожности для предотвращения попадания в нее влаги из внешней среды.

2 В качестве варианта изоляции от внешней среды можно использовать осушительную трубку с зауженным входным отверстием и стержень для введения лодочки. При этом стержень должен выниматься и входное отверстие трубки быстро, насколько это возможно, закрываться.

Через 2 ч проводят титрование, как описано в 7.4.3. Полученное значение содержания воды в холостом опыте должно быть минимальным и не превышать

0,002 г. Чтобы гарантировать постоянство величины этого опыта, его повторяют после анализа испытуемой пробы

7.4.5 Проверочный опыт

Примечание – Проверочный опыт проводят при первом введении в действие установки, замене оборудования и оператора или при регулярной проверке работы оборудования.

После получения удовлетворительных результатов для холостого опыта в предварительно охлажденную лодочку помещают навеску от 0,05 до 0,1 г сульфата меди (II) с точностью до 0,0002 г. Количество влаги в ней должно приблизительно соответствовать ее предполагаемому максимальному содержанию в анализируемой пробе. Проводят анализ сульфата меди (II) согласно 7.4.4. Установленное содержание влаги с поправкой на величину холостого опыта должно быть в диапазоне от 28,5 % до 29,2 %. Если его величина не соответствует указанному диапазону, то следует установить причину отклонения.

7.5 Проведение анализа

После получения удовлетворительных результатов для холостого и проверочного (при необходимости) опытов берут одновременно навески воздушно-сухой пробы для определения анализируемого элемента в пересчете на сухую пробу и в соответствии с таблицей 3 с точностью ± 0,0002 г отбирают навеску для установления гигроскопической влаги. Помещают, равномерно распределяя, в предварительно высушенную лодочку. Затем проводят анализ пробы согласно 7.4.4, регистрируя объем раствора Карла Фишера, израсходованный на титрование.

Таблица 3

Содержание гигроскопической влаги, %	Масса навески, г
От 0,05 до 0,5 включ.	2,0
Св. 0,5 » 2 »	1,0
» 2 » 6 »	5,0

Определение гигроскопической влаги в пробе повторяют каждый раз, когда требуется установить содержание компонента, пересчитанное на сухую пробу.

Значения количества гигроскопической влаги, найденные в разное время, не усредняют, а используют индивидуально для внесения поправки в результат определения компонента одновременно с H_2O^+.

7.6 Обработка результатов

Содержание гигроскопической влаги (X) в процентах по массе вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot F \cdot 100}{m \cdot 1000} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot F}{10m}, \quad (3)$$

где: V_1 – объем раствора Карла Фишера, затраченный на титрование навески пробы, см^3;

V_2 – объем раствора Карла Фишера, затраченный на титрование навески контрольного опыта, см^3;

F – коэффициент, установленный в миллиграммах воды на кубический сантиметр раствора Карла Фишера;

m – масса навески, г.

8 Оформление результатов

8.1 За результат анализа принимают среднеарифметическое значение параллельных определений в условиях повторяемости (получают одним методом на идентичных объектах испытаний в одной лаборатории, одним оператором, с использованием аналогичного оборудования, в пределах короткого промежутка времени), если выполняется условие приемлемости по формуле

$$|X_1 - X_2| \le r, \quad (4)$$

где X_1 и X_2 – результаты параллельных определений;

r – значение предела повторяемости (см. таблицу 4).

Т а б л и ц а 4 — Значения предела повторяемости

В процентах

Массовая доля гигроскопической влаги, %	Предел повторяемости, *r* при *P* = 0,95
От 0,10 до 0,20 включ.	0,04
Св. 0,20 » 0,50 »	0,06
» 0,50 » 1,00 »	0,10
» 1,00 » 2,00 »	0,15
» 2,0 » 5,0 »	0,2
» 5,0 » 10,0 »	0,3

8.2 Результаты анализа представляют числовым значением, которое должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и предел повторяемости при *P=0,95*, гарантируемый при применении метода анализа, установленного настоящим стандартом.

Библиография

[1] ИСО 5725-1-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

[2] Технические условия ТУ 6-09-3880-75 Перхлорат магния

[3] Технические условия ТУ 6-09-02-539-943880-75 Реактив Карла Фишера

УДК 622.341.1:546.712- 31.06:006.354 МКС 73.060.10 MOD

Ключевые слова: руды железные, концентраты, агломераты, окатыши, влага, испытание

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,86. Тираж 31 экз. Зак. 1706.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru