ГОСТ Р 50332.13—92
(ИСО 806—76)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГЛИНОЗЕМ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОТЕРИ МАССЫ ПРИ ПРОКАЛИВАНИИ

Издание официальное

18 руб. БЗ 6—92/713

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.712.001.4:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГЛИНОЗЕМ

Метод определения потери массы при прокаливании

Alumina. Method for the determination of loss of mass on ignition

ГОСТ Р 50332.13—92

(ИСО 806—76)

ОКСТУ 1711

Дата введения 01.01.94

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения потери массы при прокаливании, а также метод определения потери массы при прокаливании по международному стандарту ИСО 806—76 (см. приложение).

1. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на прокаливании глинозема при температуре 1100°С и вычислении потери его массы.

2. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ Р 50332.0.

3. АППАРАТУРА

Эксикатор по ГОСТ 25336 без наполнителя или наполненный активным глиноземом, окрашенным силикагелем или оксидом фосфора (V) (применение хлорида кальция не допускается).

Тигель платиновый с крышкой по ГОСТ 6563, вместимостью не менее 54 $см^3$.

Шкаф сушильный по ОСТ 16.0.801.397, обеспечивающий температуру нагрева (300±10)°С.

Печь муфельная по ОСТ 16.0.801.397, обеспечивающая температуру нагрева (1100±20)°С.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1993

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Потерю массы при прокаливании определяют параллельно в двух навесках с двумя проведенными через все стадии анализа контрольными опытами. Навеску глинозема массой 5 г помещают в платиновый тигель с крышкой, предварительно прокаленный при (1100±20)°С в течение 15 мин, охлажденный в эксикаторе, и взвешивают.

Открытый тигель с пробой и крышку помещают в сушильный шкаф с температурой (300±10)°С, высушивают 2 ч, закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

После взвешивания тигель с пробой ставят в муфельную печь с температурой около 700°С (при этом крышка на тигле должна быть сдвинута), постепенно повышают температуру до (1100±20)°С и прокаливают при этой температуре 2 ч. Затем тигель плотно закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Допускается из этой же навески одновременно с определением потери массы при прокаливании проводить определение массовой доли влаги высушиванием при 300°С.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Потерю массы при прокаливании (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса навески пробы глинозема, тигля и крышки после высушивания при 300°С, г;

m_2 — масса навески пробы глинозема, тигля и крышки после прокаливания при 1100°С, г;

m — масса навески пробы глинозема после высушивания при 300°С, г.

5.2. Допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Потеря массы при прокаливании, %	Допускаемые расхождения, % (абс.)	
	d_{ox}	$d_{вс}$
От 0,01 до 0,05 включ.	0,01	0,02
» 0,05 » 0,20 »	0,03	0,05
» 0,20 » 0,60 »	0,05	0,07
» 0,60 » 2,00 »	0,10	0,15

ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное

Определение потери массы при 1000 и 1200°С в глиноземе, используемом для производства алюминия (ИСО 806—76)

0. ВВЕДЕНИЕ

При нагревании глинозема промышленного назначения происходит потеря массы. При температурах до 300°С потеря массы происходит в результате потери влаги, поглощаемой глиноземом вследствие пористости его структуры. При высоких температурах потеря массы происходит за счет конституционной остаточной воды, диссоциации некоторых примесей (карбонатов, сульфатов и т. д.). Общая потеря массы зависит от периода времени, в течение которого материал выдерживают при этих температурах, а также от содержания воды, примесей и их характера.

Температуры 1000 и 1200°С выбраны произвольно и соответствуют температурам при определении потери массы при прокаливании.

Ни одно из этих определений не рассматривается как критерий состояния прокаливания глинозема промышленного назначения. Определения проводят в разное время или одновременно.

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает метод определения потери массы глинозема при прокаливании при 1000—1200°С.

2. ССЫЛКИ

ГОСТ Р 50158 Глинозем. Методы подготовки проб.
ГОСТ Р 50153 Глинозем. Отбор и подготовка проб.

3. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Прокаливание двух навесок, взятых от пробы глинозема, предварительно высушенной и прокаленной при 300°С. Одну навеску прокаливают при температуре 1000°С, а другую — при 1200°С в течение 2 ч.

4. АППАРАТУРА

Обычная лабораторная аппаратура, а также указанная в пп. 4.1—4.5.

4.1. Платиновый тигель диаметром приблизительно 30 мм и глубиной приблизительно 40 мм с платиновой крышкой.

4.2. Электропечь, регулируемая при температуре (300±10)°С.

4.3. Электропечь, регулируемая при температуре (1000±10)°С.

4.4. Электропечь, регулируемая при температуре (1200±10)°С.

4.5. Эксикатор со свежеактивированным глиноземом или оксидом фосфора (V) (не допускается использование хлорида кальция).

5. МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

5.1. Анализируемая навеска

Тигель и крышку (п. 4.1) в течение 15 мин прокаливают в электропечи (п. 4.4), регулируемой при (1200±10)°С. Вынимают из печи, помещают в

эксикатор (п. 4.6) и после охлаждения взвешивают с точностью до 0,0001 г (масса m_4).

Затем в тигель взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г приблизительно 5 г пробы (см. п. 3.2 ИСО 802). Открытый тигель с анализируемой навеской и крышкой помещают на 2 ч в электропечь (п. 4.2), регулируемую при (300±10)°С. Тигель накрывают крышкой, вынимают из печи, помещают в эксикатор и после охлаждения взвешивают с точностью до 0,0001 г (масса m_1).

Массу анализируемой навески, высушенной при 300°С, вычисляют по разности (m_4—m_1).

5.2. Определение

5.2.1. *Потеря массы при 1000°С*

Открытый тигель с анализируемой навеской, приготовленной по п. 5.1, и крышку помещают на 2 ч в электропечь (п. 4.3), регулируемую при температуре (1000±10)°С. Тигель накрывают крышкой, вынимают из печи, помещают в эксикатор и сразу после охлаждения взвешивают с точностью до 0,0001 г (масса m_2).

5.3. Контрольный анализ

5.3.1. *Сущность анализа*

Определение изменений массы платинового тигля и крышки (п. 4.1) после проведения каждого определения.

5.3.2. *Методика проведения анализа*

Взвешивают тигель и крышку (масса m_5).

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1. Потерю массы в интервале 300—1000°С в процентах (по массе) вычисляют по формуле

$$\frac{(m_1-m_2)-(m_4-m_5)}{m_0}\cdot 100.$$

6.2. Потерю массы в интервале 300—1200°С в процентах (по массе) вычисляют по формуле

$$\frac{(m_1-m_3)-(m_4-m_5)}{m_0}\cdot 100,$$

где m_0 — масса анализируемой навески, высушенной при 300°С, равная (m_1—m_4), г;

m_1 — масса тигля с анализируемой навеской и крышки после высушивания при температуре 300°С, г;

m_2 — масса тигля с анализируемой навеской и крышки после прокаливания при 1000°С, г;

m_3 — масса тигля с анализируемой навеской и крышки после прокаливания при 1200°С, г;

m_4 — масса пустого тигля и крышки до анализа после прокаливания при 1200°С, г;

m_5 — масса пустого тигля и крышки после анализа, г.

7. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен включать следующие данные:

идентификацию исследуемого материала;

ссылку на применяемый метод;

результаты испытания и метод их выражения;

любые особенности отклонения, отмеченные в процессе определения;

любые операции, не предусмотренные в настоящем стандарте или считающиеся необязательными.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Техническим комитетом ТК 99 «Алюминий»

РАЗРАБОТЧИКИ

Б. И. Лаврентьев, Н. А. Пономарева, Т. И. Жилина, Н. А. Попугаева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Госстандарта России от 07.10.92 № 1330

Приложение к настоящему стандарту подготовлено методом прямого применения международного стандарта ИСО 806—76 «Глинозем, используемый для производства алюминия. Определение потери массы при 1000 и 1200°С»

3. **Периодичность проверки** — 5 лет

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 27800—88**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 6563—75	3
ГОСТ 25336—82	3
ГОСТ Р 50153—92	Приложение
ГОСТ Р 50158—92	Приложение
ГОСТ Р 50332.0—92	2
ОСТ 16.0.801.397—87	3

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *В. С. Черная*

Сдано в наб. 24.11.92 **Подп.** в печ. 05.01.93 **Усл.** печ. л. 0,5. **Усл.** кр.-отт. 0,5. **Уч.-изд. л.** 0,40. **Тир.** 456 экз.

«Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1700

gost.e-ecolog.ru