УДК 622.349.21 : 543.716 : 006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

БОКСИТ

Метод определения потери массы при прокаливании

Bauxite. Method for the determination of mass loss on ignition

ГОСТ 14657.1—78

(СТ СЭВ 2233—80, ИСО 6606—86)

ОКСТУ 1711

Срок действия с 01.01.79 до 01.01.94

Настоящий стандарт распространяется на боксит и устанавливает гравиметрический метод определения потери массы при прокаливании при массовой доле от 10 до 30%, а также метод определения потери массы при 1075°С по международному стандарту ИСО 6606—86 (см. приложение).

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 14657.0—78.

2. АППАРАТУРА

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80 2-го класса точности.

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

Эксикатор по ГОСТ 25336—82, заполненный осушителем.

Тигли платиновые.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Издание официальное

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

gost.e-ecolog.ru

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. В предварительно прокаленный и охлажденный в эксикаторе взвешенный платиновый тигель помещают навеску массой 1 г.

Тигель с навеской помещают в муфельную печь, нагретую не выше 100°С, затем повышают температуру печи до 1100±20°С и прокаливают содержимое тигля в течение 2 ч.

Тигель с остатком охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Повторные прокаливания повторяют в течение 1 ч до получения постоянной массы.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Потерю массы при прокаливании (X) в процентах 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.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать величины, указанной 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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОТЕРИ МАССЫ ПРИ 1075°С (ИСО 6606—86)

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, а также, в меньшей степени, диссоциации более мелких составляющих.

Общая потеря массы зависит от температуры и продолжительности нагрева. Таких условий, при которых потери приходятся исключительно на воду (гигроскопическую и связанную), нет.

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

Значение потери 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 накрыт неплотно прижатой крышкой после размещения в нем навески и оставаться закрытым в ходе всех последующих операций.

Наличие крышки способствует получению воспроизводимых результатов, исключая возможность таких случайных воздействий, как попадание в тигель кусочков футеровки печи при нагреве, и не мешает сохранению условий окисления в тигле.

1. Назначение и область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает гравиметрический метод определения потери массы аналитических проб алюминиевых руд при нагревании до постоянной массы при 1075°С.

Метод распространяется на алюминиевые руды, значения потери массы которых находятся в пределах от 10 до 30%.

2. Ссылка

ГОСТ 27799—88 «Глинозем. Метод определения влаги».

3. Сущность метода

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

4. Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура и

4.1. Поддоны из инертного материала с размерами, обеспечивающими размещение требуемого количества пробы слоем плотностью 5 мг/мм².

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

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

4.4. Весы с погрешностью взвешивания ±0,0001 г.

4.5. Эксикатор, содержащий свежий тетраоксохлорат магния или активированный глинозем в качестве осушителя.

Примечания:

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

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

5. Отбор и подготовка проб

5.1. Проба

Лабораторную пробу отбирают и измельчают до частиц размером 150 мкм в соответствии с методиками, предусмотренными соответствующими стандартами*.

5.2. Подготовка пробы

Отбирают приблизительно 10 г лабораторной пробы и помещают на поддон (п. 4.1). Разравнивают пробы до получения слоя плотностью около 5 мг/мм² и уравновешивают с атмосферой лаборатории в течение не менее 2 ч.

6. Проведение анализа

6.1. Количество определений

Проводят два параллельных определения для каждой пробы руды.

Примечание. Метод проведения холостого и контрольного определений в данной методике отсутствует.

6.2. Подготовка тигля и навески

Нагревают платиновый тигель и крышку (п. 4.2) в печи (п. 4.3) с температурой, контролируемой в пределах (1075±25)°С, в течение 15 мин. Извлекают закрытый тигель из печи и помещают в эксикатор (п. 4.5) на 1 ч для охлаждения до температуры окружающей среды. После охлаждения насколько можно быстро взвешивают тигель с крышкой с погрешностью ±0,0002 г.

Помещают приблизительно (1±0,01) г лабораторной пробы в платиновый тигель, разравнивают ее по дну тигля, устанавливают на место крышку и взвешивают тигель, крышку и навеску с погрешностью ±0,0002 г. Записывают массу навески (m_1).

Одновременно взвешивают навески для определения гигроскопической влаги по ИСО 8557.

6.3. Определение потери при прокаливании

Помещают неплотно закрытый крышкой тигель с содержимым в печь (п. 4.3) с температурой (375±25)°С и нагревают в течение (10±1) мин.

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

Извлекают тигель с содержимым из печи, убеждаются, что крышка плотно закрывает тигель, и помещают в эксикатор на 1 ч для охлаждения. После охлаждения насколько можно быстро взвешивают тигель с содержимым и крышкой с погрешностью ±0,0002 г.

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

---

* Если нет международных стандартов, соответствующими стандартами являются национальные стандарты.

Снова устанавливают закрытый крышкой тигель с содержимым в печь с температурой (1075±25)°С и нагревают в течение (30±2) мин. Охлаждают тигель с содержимым и крышкой в эксикаторе до температуры окружающей среды в течение 1 ч и снова взвешивают.

Если разница между результатами взвешивания после первого и повторного нагревания 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 минимальную массу тигля, крышки и содержимого для расчета минимальной массы навески после нагревания (m_2).

7. Обработка результатов

7.1. Потерю массы при прокаливании (*ППП*), в процентах, рассчитывают по формуле

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

где m_1 — масса навески, г;

m_2 — масса навески после нагревания, г;

H — массовая доля гигроскопической влаги уравновешенной пробы, %.

7.2. Общая обработка результатов

7.2.1. *Точность*

Плановое опробование методики проводилось десятью странами с участием шестнадцати лабораторий. Каждый лаборант провел два определения на каждой из четырех проб. Из полученных результатов были рассчитаны повторяемость, воспроизводимость и индекс воспроизводимости, приведенные в таблице.

Пробы	Средняя потеря массы при 1075°С, % (*m*/*m*)	Компоненты стандартного отклонения		Индекс воспроизводимости — $2S'$
		S_w	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.

7.2.2. *Критерий оценки правильности результатов анализа*

Результат анализа для аналитической пробы принимается, если разница между двумя значениями для одной пробы не превышает 2,77 S_w при расчете из соответствующего значения S_w, приведенного в таблице.

Если абсолютная разница между двумя значениями для одной пробы более 2,77 S_w, следует произвести дополнительные определения для пробы.

7.2.3. *Расчет окончательного результата*

Окончательный результат является средним арифметическим значением принятых результатов анализа, рассчитанных с точностью до четвертого десятичного знака и округленных до второго знака следующим образом:

1) если цифра третьего десятичного знака меньше 5, она отбрасывается, а цифра второго десятичного знака остается без изменения;

2) если цифра третьего десятичного знака 5, а четвертый десятичный знак

любая цифра кроме 0, или, если цифра третьего десятичного знака больше 5, цифра второго десятичного знака увеличивается на единицу;

3) если цифра третьего десятичного знака 5, а четвертый десятичный знак 0, 5 отбрасывается, а цифра второго десятичного знака остается без изменения, если она 0, 2, 4, 6 или 8, и увеличивается на единицу, если она 1, 3, 5, 7 или 9.

8. Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующее:

1) данные, необходимые для характеристики пробы;
2) ссылку на данный международный стандарт;
3) результат анализа;
4) порядковый номер результата;
5) другие данные, полученные в процессе анализа, и другие операции; влияющие на результаты и не предусмотренные данным международным стандартом.

Приложение. **(Введено дополнительно, Изм. № 3).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством цветной металлургии СССР

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Л. С. Васильева, Т. И. Жилина, Е. Я. Гринькова, С. И. Медведева, Н. Ф. Парфенова, А. А. Диденко

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.04.78 г. 6 1113 Приложение «Гравиметрический метод определения потери массы при 1075°С» настоящего стандарта подготовлен на основе прямого применения международного стандарта ИСО 6606—86

3. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2233—80**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 14657.1—69**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, приложения
ГОСТ 14657.0—78	1.1
ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 27799—88	Приложение

6. **Переиздание (сентябрь 1991 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в апреле 1978 г., августе 1988 г., декабре 1990 г. (ИУС 12—82, 12—88, 4—91)**

gost.e-ecolog.ru