МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ

БОКСИТ

Методы анализа

Издание официальное

Москва
ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
2002

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.349.21:006.354

ОТ ИЗДАТЕЛЬСТВА

Сборник «Боксит. Методы анализа» содержит стандарты, утвержденные до 1 декабря 2001 г.

В стандарты внесены изменения, принятые до указанного срока.

Текущая информация о вновь утвержденных и пересмотренных стандартах, а также о принятых к ним изменениях публикуется в ежемесячном информационном указателе «Государственные стандарты».

© ИПК Издательство стандартов, 2002

ГОСТ 14657.0—96
(ИСО 8558—85)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БОКСИТ

Общие требования к методам химического анализа

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

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 8558—85 «Алюминиевые руды. Приготовление предварительно высушенных проб для анализа»

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 17 декабря 1997 г. № 415 межгосударственный стандарт ГОСТ 14657.0-96 (ИСО 8558—85) введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1999 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 14657.0—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

Общие требования к методам химического анализа

Bauxite. General requirements for
methods of chemical analysis

Дата введения 1999—01—01

1 Назначение и область применения

Настоящий стандарт распространяется на боксит и устанавливает общие требования к методам анализа, а также метод приготовления предварительно высушенных проб для анализа по ИСО 8558—85 (приложение А).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 8.326—89* Государственная система обеспечения единства измерений. Метрологическая аттестация средств измерения

ГОСТ 8.010—90** Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная, лабораторная, стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общетехнические условия

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

ГОСТ 6613—86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

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

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

ГОСТ 25465—95 Боксит. Методы отбора и подготовки проб для химического анализа и определения влаги

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29228—91 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ 29229—91 (ИСО 835-3—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 3. Пипетки градуированные с временем ожидания 15 с

ГОСТ 29230—91 (ИСО 835-4—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 4. Пипетки выдувные

---

* В Российской Федерации действует ПР 50.2.009—94

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 8.563—96

Издание официальное

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29252—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без установленного времени ожидания

ГОСТ 29253—91 (ИСО 385-3—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 3. Бюретки с временем ожидания 30 с

3 Требования к методам анализа

3.1 Пробу боксита, отобранную по ГОСТ 25465, сокращают квартованием до массы 100 г и высушивают 2 ч при температуре (110 ± 5) °С. Далее пробу сокращают квартованием до массы 30 г, истирают в агатовой ступке до размера частиц, проходящих через сито с сеткой № 009 по ГОСТ 6613, высушивают при температуре 105—110 °С до постоянной массы или в соответствии с приложением А и охлаждают в эксикаторе.

Допускается применять механический истиратель с использованием стаканов, исключающих загрязнение пробы определяемыми элементами.

3.2 Массовую долю компонентов при выполнении анализов определяют по двум параллельным навескам с двумя проведенными через все стадии анализа контрольными опытами для внесения в результат анализа соответствующей поправки.

Поправку вносят вычитанием полученного результата из результатов анализа пробы или проведением определения по отношению к раствору контрольного опыта.

Если при анализе раствор контрольного опыта применяется в качестве раствора сравнения, то раствор сравнения готовят, смешивая два одинаковых объема двух параллельных растворов контрольного опыта.

Расхождения между результатами параллельных определений контрольных опытов не должны превышать минимальных допускаемых расхождений результатов определения компонентов, указанных в соответствующих стандартах.

3.3 Для контроля точности результатов анализа проводят одновременно в тех же условиях определение двух параллельных навесок государственного стандартного образца боксита.

Допускается использовать отраслевые стандартные образцы бокситов, аттестованные в соответствии с ГОСТ 8.315.

3.4 За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов параллельных определений при условии, что расхождение между ними не превышает значений допускаемых расхождений (показателя сходимости — $d_{сх}$) для соответствующего диапазона концентрации определяемого компонента при доверительной вероятности $P = 0,95$.

В случае превышения допускаемых расхождений одного из результатов параллельных определений анализ следует повторить. Если и в этом случае расхождение между результатами параллельных определений превышает указанное значение, проведение анализа данным методом прекращают до выяснения и устранения причин, вызывающих наблюдаемое расхождение.

Расхождение результатов анализа одной и той же пробы, проведенных в разных лабораториях или в одной но в различных условиях, не должно превышать значений допускаемых расхождений (показателя воспроизводимости — $d_{вс}$) для соответствующего диапазона концентрации определяемого компонента.

Средний результат анализа, полученный для стандартного образца боксита, не должен отличаться от соответствующей аттестованной массовой доли определяемого компонента, обозначенной в свидетельстве на стандартный образец более чем на 0,71 $d_{вс}$ для соответствующего диапазона концентрации данного компонента, указанного в конкретном стандарте на метод анализа.

Результат, удовлетворяющий перечисленные требования, принимают за окончательный.

3.5 Массу навески анализируемого боксита при определении основного компонента, химических реактивов, используемых для приготовления стандартных растворов и осадков в гравиметрическом анализе, если это не оговорено в стандарте на метод анализа, взвешивают с погрешностью не более ±0,0002 г.

Массу навески анализируемого боксита при определении примесных элементов, индикаторов для приготовления растворов или индикаторных смесей взвешивают с погрешностью не более ±0,001г, массу навесок реактивов для приготовления титрованных и вспомогательных растворов — с погрешностью не более ±0,01 г, плавней — с погрешностью не более ±0,1 г.

3.6 Концентрацию растворов (титранта или определяемого компонента) устанавливают не менее чем по трем аликвотным частям раствора.

Точность приведения массовой концентрации определяется конкретными условиями приготовления и назначения раствора.

3.7 Для проведения анализа и приготовления растворов применяют дистиллированную воду по ГОСТ 6709, если нет других указаний в конкретных стандартах на методы анализа.

3.8 Квалификация применяемых реактивов должна быть не ниже чем химически чистые (х. ч.) или чистые для анализа (ч. д. а.), если не оговорена другая степень чистоты реактивов в конкретных стандартах на методы анализа.

3.9 Степень разбавления кислот и растворов обозначают «раствор 1 : 1, 1 : 2 и т. д.», где первые цифры означают объемные части кислоты или какого-либо раствора, вторые — объемные части воды.

3.10 Концентрацию растворов выражают:

массовой долей — % (масса вещества в граммах в 100 г раствора);

молярной концентрацией вещества — моль/дм^3 (М);

молярной концентрацией эквивалента — моль/дм^3 (н);

массовой концентрацией — г/дм^3 или г/см^3.

3.11 Для проведения анализа применяют лабораторную и мерную лабораторную посуду не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 1770, ГОСТ 29227 — ГОСТ 29230, ГОСТ 29251, ГОСТ 29252, ГОСТ 29253, ГОСТ 25336, ГОСТ 9147, ГОСТ 6563 и лабораторные электропечи.

3.12 Для построения градуировочных графиков требуется не менее пяти точек. Точки равномерно распределяют по диапазону измерений, при этом максимальное и минимальное значения измерений устанавливают пределы измерений.

Каждая точка строится по среднеарифметическому результату трех параллельных определений.

На оси абсцисс откладывают массу определяемого компонента в определенном объеме или его массовую долю в процентах, по оси ординат — значение аналитического сигнала.

3.13 При фотометрических определениях кюветы выбирают так, чтобы измерения проводились в оптимальной области оптической плотности для соответствующего окрашенного соединения и данного прибора.

3.14 Выражение «холодная вода (или раствор)» означает, что жидкость имеет температуру 5—15 °С, «теплая вода (или раствор)» — 40—75 °С, «горячая вода (или раствор)» — свыше 75 °С.

3.15 Чистота металлов и веществ, применяемых для приготовления стандартных растворов, должна быть не менее 99,95 %.

3.16 При определениях методом атомно-абсорбционной спектрометрии устанавливают такие условия измерений (высота пламени, газовый состав пламени, ширина щели и т. д.), чтобы для соответствующего элемента и данного прибора достигнуть оптимальных параметров по чувствительности и точности.

3.17 Для взвешивания навесок используют весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104, 2-го класса точности типа ВЛР-200 и весы лабораторные технические типа ВЛТ-400 4-класса точности или аналогичные.

3.18 Допускается применять другую аппаратуру, материалы, посуду и реактивы с метрологическими характеристиками не ниже указанных в соответствующих стандартах на методы анализа.

3.19 Допускается применять другие методики, аттестованные по ГОСТ 8.010, если их метрологические характеристики не уступают характеристикам методик, включенных в соответствующие стандарты на методы определения.

3.20 Применяемые средства измерений должны пройти государственную поверку или поверку по ГОСТ 8.326 или должны пройти ведомственную метрологическую аттестацию.

3.21 После окончания срока хранения реактивов допускается производить проверку пригодности реактивов для определения массовой доли компонентов, указанных в соответствующих стандартах путем анализа государственного стандартного образца боксита.

3.22 При эксплуатации электронагревательного оборудования погрешность измерения температуры не должна превышать ± 5 °С для 100—400 °С, ± 20 °С — для 400—800 °С, ± 50 °С — для 800—1000 °С, если это специально не оговорено в стандарте на конкретный метод анализа.

3.23 Если в стандарте на метод анализа не указана концентрация или разбавление кислоты или водного раствора аммиака, значит применяют концентрированные кислоты или раствор аммиака.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

Приготовление предварительно высушенных проб для анализа (ИСО 8558—85)

А.1 **Назначение и область применения**

Настоящий стандарт устанавливает метод приготовления предварительно высушенных проб для анализа, которые могут быть использованы для определения аналитических составляющих алюминиевых руд в пересчете на сухое вещество.

Метод может быть использован также, если аналитической составляющей, требующей пересчета на сухое вещество, являются алюминий и потеря массы при прокаливании при 1075 °С — гигроскопическая влага, определяемая по ИСО 8557.

А.2 **Ссылка**

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

А.3 **Сущность метода**

Высушивание пробы до постоянной массы при температуре 105 °С.

А.4 **Аппаратура**

Обычная лабораторная аппаратура и указанная в А.4.1 — А.4.3.

А.4.1 Бюксы для взвешивания с притертыми крышками диаметром не менее 50 мм.

А.4.2 Печь лабораторная, обеспечивающая температуру нагрева (105 ± 2) °С.

А.4.3 Эксикатор, содержащий любой осушитель: активированный глинозем, тетраоксихлорат магния или оксид фосфора (V).

Примечание — Активированный глинозем может быть заново активирован нагреванием при температуре (300 ± 10) °С накануне вечером.

А.5 **Отбор и подготовка проб**

Используют лабораторную пробу с размерами частиц не более 150 мкм.

Проба должна быть тщательно перемешана предпочтительно механическими средствами непосредственно перед использованием.

А.6 **Проведение анализа**

Помещают менее 10 г пробы в бюкс для взвешивания (А.4.1), предварительно высушенную в лабораторной печи (А.4.2) при температуре (105 ± 2)°С. Высушивают пробу в печи при температуре (105 ± 2) °С в течение 16 ч.

Примечание — Обычно используют взвешенный бюкс диаметром не более 50 мм. Если толщина слоя пробы не превышает 5 мг/мм^2, может быть использован и меньший бюкс.

Закрывают бюкс хорошо пригнанной крышкой и помещают на 30—45 мин для охлаждения до комнатной температуры в эксикатор (А.4.3). Слегка открывают крышку и быстро закрывают опять, затем взвешивают закрытый бюкс с содержимым.

Предварительно высушенную пробу для анализа хранят в закрытом бюксе для взвешивания в эксикаторе.

Примечание — Если анализируемое значение ожидается выше 10 %, навеску отбирают и взвешивают в день предварительного высушивания.

МКС 73.060 А39 ОКСТУ 1711

Ключевые слова: боксит, химический анализ

gost.e-ecolog.ru