

БОКСИТ**ГОСТ****Метод определения потери массы при прокаливании****14657.1—78**Bauxite. Method for the determination
of mass loss on ignition**(СТ СЭВ 2233—80,
ИСО 6606—86)**

ОКСТУ 1711

Срок действия

с 01.01.79до 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°C по международному стандарту ИСО 6606—86 (см. приложение).

Метод основан на прокаливании навески боксита при 1100°C 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°C.

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

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°C, затем повышают температуру печи до $1100 \pm 20^\circ\text{C}$ 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).

**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 приходится исключать 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 $(375 \pm 25)^\circ\text{C}$, а в конце испытания — до $(1075 \pm 25)^\circ\text{C}$, 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 $(375 \pm 25)^\circ\text{C}$ в течение 10 мин. Перенесение закрытого тигля во вторую печь с температурой $(1075 \pm 25)^\circ\text{C}$ 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 дна 20 мм и глубиной 35 мм с соответствующей платиновой крышкой.

4.3. Печи электрические, обеспечивающие температуру нагрева (375 ± 25) и $(1075 \pm 25)^\circ\text{C}$ с постоянным воздухообменом внутри печи потоком воздуха.

4.4. Весы с погрешностью взвешивания $\pm 0,0001$ г.

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

Примечания:

1. Активированный глинозем активируют нагреванием при $(300 \pm 10)^\circ\text{C}$ 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/мм^2 и уравнивают 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 $(1075 \pm 25)^\circ\text{C}$, 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 $\pm 0,0002$ г.

Помещают приблизительно $(1 \pm 0,01)$ г лабораторной пробы в платиновый тигель, разравнивают ее по дну тигля, устанавливают на место крышку и взвешивают тигель, крышку и навеску с погрешностью $\pm 0,0002$ 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 $(375 \pm 25)^\circ\text{C}$ и нагревают в течение (10 ± 1) мин.

Переносят неплотно закрытый крышкой тигель с содержимым в печь с температурой $(1075 \pm 25)^\circ\text{C}$ 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 $\pm 0,0002$ 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 $(1075 \pm 25)^\circ\text{C}$ 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°C 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

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

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°C , % (m/m)	Компоненты стандартного отклонения		Индекс воспроизводимости— $2S'$
		S_w	S_b	
MT/12/12	14,47	0,064	0,215	0,45
MT/12/4	25,24	0,050	0,126	0,27
MT/12/1	26,43	0,090	0,101	0,27
MT/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 Приложении «Гравиметрический метод определения потери массы при 1075°C» 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)