

**ГОСТ 14657.1—96**  
**(ИСО 6606—86)**

**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**

---

# **БОКСИТ**

## **Метод определения потери массы при прокаливании**

**Издание официальное**

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ  
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ**  
**М и н с к**

## 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 Республика Беларусь Республика Казахстан Российская Федерация Туркменистан Украина	Азгосстандарт Госстандарт Беларуси Госстандарт Республики Казахстан Госстандарт России Главгосслужба «Туркменстандартлары» Госстандарт Украины

3 Приложение А настоящего стандарта представляет собой полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 6606—86 «Алюминиевые руды. Определение потери массы при 1075 °С. Гравиметрический метод»

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 17 декабря 1997 г. № 415 межгосударственный стандарт ГОСТ 14657.1—96 (ИСО 6606—86) введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1999 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 14657.1—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

**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**

---

**БОКСИТ**

**Метод определения потери массы при прокаливании**

Bauxite. Method for determination of loss of mass on ignition

---

Дата введения 1999—01—01

**1 Назначение и область применения**

Настоящий стандарт распространяется на боксит и устанавливает гравиметрический метод определения потери массы при прокаливании при массовой доле от 10 % до 30 %.

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

Гравиметрический метод определения потери массы при 1075 °С по ИСО 6606—86 приведен в приложении А.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 14657.0—96 (ИСО 8558—85) Боксит. Общие требования к методам химического анализа  
ГОСТ 24104—88\* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

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

**3 Общие требования**

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 14657.0.

**4 Аппаратура**

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, 2-го класса точности.

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

Эксикатор по ГОСТ 25336, заполненный осушителем.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

**5 Проведение анализа**

5.1 В предварительно прокаленный 15 мин при температуре (1100±20) °С и охлажденный в эксикаторе взвешенный платиновый тигель помещают навеску массой 1 г.

---

\* С 1 июля 2002 г. вводится в действие ГОСТ 24104—2001.

Тигель с навеской помещают в муфельную печь, нагретую не выше 100 °С, затем повышают температуру печи до (1100±20) °С и прокаливают содержимое тигля 1 ч.

Тигель с остатком охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Повторные прокаливания проводят в течение 30 мин до получения постоянной массы.

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

## 6 Обработка результатов

6.1 Массовую долю потери массы при прокаливании ( $X$ ), %, 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.

6.2 Результаты анализа рассчитывают до второго и округляют до первого десятичного знака.

6.3 Допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, указанных 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

## ПРИЛОЖЕНИЕ А (справочное)

### Определение потери массы при 1075 °С. Гравиметрический метод (ИСО 6606—86)

#### А.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 и в меньшей степени диссоциации более мелких составляющих.

Общая потеря массы зависит от температуры и продолжительности нагрева. Отсутствуют условия, при которых потеря массы приходится только на воду (гигроскопическую или связанную).

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

Потерю 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 неплотно накрыт крышкой и оставаться закрытым при последующих операциях. Наличие крышки способствует получению воспроизводимых результатов, исключает возможность таких случайных воздействий, как попадание в тигель кусочков футеровки печи при нагреве, и не мешает сохранению условий окисления в тигле.

#### А.1 Назначение и область применения

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения потери массы аналитических проб алюминиевых руд при нагревании до постоянной массы при 1075 °С. Метод применим для алюминиевых руд, потери массы которых находятся в пределах 10—30 %.

**А.2 Ссылка**

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

**А.3 Сущность метода**

Нагревание навески пробы во взвешенном тигле в печи при  $(375\pm 25)$  °С в течение 10 мин. Перенос закрытого тигля во вторую печь с температурой  $(1075\pm 25)$  °С и нагрев до постоянной массы. Коррекция полученной потери массы на первоначальное содержание гигроскопической влаги.

**А.4 Аппаратура**

Обычная лабораторная аппаратура и указанная в А.4.1—А.4.5.

А.4.1 Поддоны из инертного материала с размерами, обеспечивающими размещение требуемого количества пробы слоем плотностью 5 мг/мм<sup>2</sup>.

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

А.4.3 Печи электрические, обеспечивающие температуру нагрева  $(375\pm 25)$  °С и  $(1075\pm 25)$  °С, с постоянным воздухообменом внутри печи.

А.4.4 Весы с точностью взвешивания до 0,0001 г.

А.4.5 Эксикатор, содержащий свежий тетраоксихлорат магния или активированный глинозем.

**Примечания**

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

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

**А.5 Отбор и подготовка проб****А.5.1 Пробы**

Лабораторные пробы отбирают и измельчают до размера частиц, проходящих через аналитическое сито с размером ячеек 150 мкм.

**А.5.2 Подготовка пробы**

Отбирают приблизительно 10 г лабораторной пробы и помещают на плоский поддон (А.4.1). Разравнивают пробу до получения слоя плотностью около 5 мг/мм<sup>2</sup> и уравнивают с атмосферой лаборатории не менее 2 ч.

**А.6 Проведение анализа****А.6.1 Количество определений**

Проводят два параллельных определения на каждой пробе руды.

**Примечание** — Методика проведения холостого и контрольного опытов в данном методе отсутствует.

**А.6.2 Подготовка тигля и навески пробы**

Платиновый тигель и крышку (А.4.2) нагревают в течение 15 мин в печи (А.4.3) с температурой  $(1075\pm 25)$  °С. Извлекают закрытый тигель из печи и помещают в эксикатор (А.4.5) на 1 ч для охлаждения до комнатной температуры. После охлаждения как можно быстрее взвешивают тигель с крышкой с точностью до 0,0002 г.

Приблизительно  $(1\pm 0,01)$  г анализируемой пробы помещают в платиновый тигель, разравнивают ее по дну тигля, устанавливают на место крышку и взвешивают тигель, крышку и пробу с точностью до 0,0002 г. Записывают массу навески пробы ( $m_1$ ).

Одновременно взвешивают навески для определения гигроскопической влаги по ИСО 8557.

**А.6.3 Определение потери при прокаливании**

Тигель с содержимым, неплотно закрытый крышкой, помещают в печь (А.4.3) с температурой  $(375\pm 25)$  °С и нагревают  $(10\pm 1)$  мин.

Переносят тигель с содержимым, неплотно закрытый крышкой, в печь с температурой  $(1075\pm 25)$  °С и нагревают  $(60\pm 2)$  мин.

Извлекают тигель с содержимым из печи, плотно закрывают крышку тигля и помещают в эксикатор на 1 ч для охлаждения до комнатной температуры. После охлаждения как можно быстрее взвешивают тигель с содержимым и крышкой с точностью до 0,0002 г.

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

Тигель с содержимым, закрытый крышкой, снова устанавливают в печь с температурой  $(1075\pm 25)$  °С и нагревают  $(30\pm 2)$  мин. Охлаждают тигель с содержимым и крышкой в эксикаторе 1 ч и снова взвешивают.

Если разность результатов взвешиваний после первого и второго нагреваний 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 максимальную массу тигля, крышки и содержимого для расчета минимальной массы нагреваемой навески пробы ( $m_2$ ).

#### А.7 Обработка результатов

А.7.1 Потерю массы при прокаливании *ППП*, %, вычисляют по формуле

$$ППП = \left[ \frac{100 (m_1 - m_2)}{M_1} - H \right] \cdot \frac{100}{100 - H},$$

где  $m_1$  — масса навески пробы, г;

$m_2$  — масса навески пробы после нагревания, г;

$H$  — массовая доля гигроскопической влаги уравновешенной пробы, %.

А.7.2 Общая обработка результатов

А.7.2.1 Точность

Сходимость, воспроизводимость и индекс воспроизводимости приведены в таблице.

Проба	Средняя потеря массы при 1075 °С, %	Компоненты стандартного отклонения		Индекс воспроизводимости $2S$
		Сходимость $S_w$	Воспроизводимость $S_b$	
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.

А.7.2.2 Критерий оценки правильности результатов анализа

Результат анализа принимают, если разность двух значений для одной пробы не превышает  $2,77 S_w$  при расчете из соответствующего значения  $S_w$ , приведенного в таблице.

Если абсолютная разность двух значений для одной пробы составляет более  $2,77 S_w$ , проводят дополнительные определения для пробы или дополнительный анализ пробы.

А.7.2.3 Расчет окончательного результата

За окончательный результат принимают среднеарифметическое результатов анализа проб, рассчитанное до четвертого и округленное до второго десятичного знака следующим образом:

а) если цифра третьего десятичного знака меньше 5, ее отбрасывают, а цифру второго десятичного знака оставляют без изменения;

б) если цифра третьего десятичного знака 5, а четвертый десятичный знак любая цифра, кроме 0, или если цифра третьего десятичного знака больше 5, цифру второго десятичного знака увеличивают на единицу;

в) если цифра третьего десятичного знака 5, а четвертый десятичный знак 0, цифру 5 отбрасывают, а цифру второго десятичного знака оставляют без изменения, если она 0, 2, 4, 6 или 8 и увеличивают на единицу, если она 1, 3, 5, 7 или 9.

#### А.8 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

- 1) необходимые данные для определения пробы;
- 2) ссылку на настоящий стандарт;
- 3) результат анализа;
- 4) порядковый номер результатов;
- 5) любые особенности, отмеченные в процессе анализа, и любые операции, влияющие на результаты и не предусмотренные настоящим стандартом.

МКС 73.060

A39

ОКСТУ 1711

Ключевые слова: боксит, испытание, потеря массы при прокаливании