



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР**

ШПАТ ПЛАВИКОВЫЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВЛАГИ

ГОСТ 7619.1—74

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

Москва

ШПАТ ПЛАВИКОВЫЙ**Метод определения содержания влаги**

Fluorite.
Method for determination
of moisture content

**ГОСТ
7619.1—74***

Взамен
ГОСТ 7619.1—70

ОКСТУ 1769

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 24 апреля 1974 г. № 977 срок введения установлен

с 01.01.75

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 27.02.84 № 608 срок действия продлен

до 01.01.87

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на плавиковый шпат и устанавливает метод определения содержания влаги.

Метод основан на высушивании плавикового шпата в сушильном шкафу при температуре $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$, до постоянной массы.

Стандарт соответствует рекомендации СЭВ по стандартизации РС 1019—67.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор и подготовка пробы для определения содержания влаги — по ГОСТ 14180—80.

1.2. Из пробы плавикового шпата для определения содержания влаги выделяют две навески массой по 0,1 кг из материала крупностью до 0,315 мм и массой по 1,0 кг — из материала крупностью свыше 0,315 до 10 мм.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА

2.1. Для проведения испытания применяют: шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$, с терморегулятором;

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание (октябрь 1984 г.) с Изменением № 1, утвержденным в феврале 1984 г. (ИУС 6—84).

© Издательство стандартов, 1985

весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,1 г; чаши выпарительные по ГОСТ 9147—80 или противни; эксикатор по ГОСТ 25336—82.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску плавикового шпата помещают ровным слоем толщиной не более двойного размера максимального куска в предварительно высушенную до постоянной массы выпарительную чашу и взвешивают. Чашу с навеской помещают в сушильный шкаф, нагретый до $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$, и выдерживают в течение 1 ч. Затем чашу с навеской вынимают из сушильного шкафа, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

Высушивание повторяют до постоянной массы. Масса считается постоянной, если разность результатов двух последующих взвешиваний не превышает 0,1% от массы анализируемой навески.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Содержание влаги (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса чаши с навеской до высушивания, г;

m_2 — масса чаши с навеской после высушивания, г;

m — масса навески до высушивания, г.

Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать в процентах:

0,1 — при содержании влаги до 1,5%;

0,2 — » » » св. 1,5%.

Если расхождения между результатами параллельных определений превышают приведенную величину, определение повторяют.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Изменение № 2 ГОСТ 7619.1—74 Шпат плавиковый. Метод определения содержания влаги

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21.10.86 № 3145 срок введения установлен

с 01.03.87

Наименование стандарта. Исключить слово: «содержания», «content».

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на плавиковый шпат и устанавливает метод определения влаги при массовой доле ее от 0,70 до 1,50 %».

Пункт 2.1. Третий абзац. Заменить значение: 0,1 г на ± 30 мг.

Пункт 3.1. Второй абзац. Заменить значение: 0,1 % на 0,03 %.

Пункт 4.1. Заменить слово: «содержание» на «массовая доля»; второй абзац изложить в новой редакции: «Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать величины, указанной в таблице.

Массовая доля влаги, %	Допускаемое расхождение, % абс.	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,70 до 1,50	0,10	0,15

(Продолжение изменения к ГОСТ 7619.1—74)

Раздел 4 дополнить пунктами — 4.2, 4.3: «4.2. Границы погрешности определения влаги общей массы двух (параллельных) навесок при уровне доверительной вероятности 95 % для $X \leq 1,5$ % и $X > 1,5$ % равны соответственно $\pm 0,05$ % и $\pm 0,1$ %.

4.3. Контроль правильности результатов анализа осуществляется методом «введено-найдено» одновременно с каждой партией проб анализируемого материала, введением в контрольную пробу соответствующего количества дистиллированной воды.

Для метода «введено-найдено» должно выполняться неравенство

$$[(\bar{X} \text{ с добавкой} - \bar{X} \text{ без добавки}) - X \text{ добавки}] \leq 0,5 \sqrt{d_1^2 + d_2^2},$$

где d_1 — допускаемое расхождение для результатов анализа с добавкой;

d_2 — допускаемое расхождение для результатов анализа без добавки.

Добавка должна в два-три раза превышать значение нижнего предела содержания влаги».

(ИУС № 1 1987 г.)

Изменение № 3 ГОСТ 7619.1—74 Шпат плавиковый. Метод определения влаги
Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации
и метрологии СССР от 26.12.91 № 2126.

Дата введения 01.07.92

Вводная часть. Первый абзац. Заменить норму: «до 30 %» на «до 30 %, а также метод определения влаги по международному стандарту ИСО 8875—88 (см. приложение)»;

третий абзац исключить.

Пункт 4.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Разность результатов параллельных определений и результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля влаги, %	Допускаемые расхождения, %	
	параллельных определений d_n	результатов анализа D
От 0,70 до 1,50 включ.	0,10	0,15
Св. 1,5 > 5,0 ▽	0,3	0,4
> 5,0 > 10,0 ▽	0,4	0,5
> 10,0 > 15,0 ▽	0,5	0,6
> 15,0 > 30,0 ▽	0,6	0,7

Стандарт дополнить приложением:

«ПРИЛОЖЕНИЕ

Метод определения влаги (ИСО 8875—88)

1. Назначение

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания влаги в партии плавикового шпата.

Метод распространяется на все виды плавикового шпата для производства плавиковой кислоты, керамики, а также три вида плавикового шпата для металлургии — концентраты, брикеты и гравий.

2. Ссылки

Настоящий стандарт содержит положения, ссылки на которые даны в настоящем стандарте. В момент публикации указанное издание являлось действующим. Все стандарты подлежат пересмотру, поэтому сторонам, заинтересованным в настоящем стандарте, предлагается провести исследование по возможности применения наиболее поздних изданий стандарта, указанного ниже.

Члены МЭК и ИСО ведут регистрацию текущих действующих международных стандартов.

3. Определения

В настоящем стандарте использованы следующие определения.

3.1. Проба на влагу — проба, отобранная для определения содержания влаги в партии руды.

3.2. Проба для испытаний — проба, приготовленная для определения влаги в соответствии с методом, установленным в ГОСТ 14180—80.

(Продолжение см. с. 40)

Примечание. Если определение влаги проводят на всем количестве пробы для испытаний, она может быть также названа навеской.

3.3. Навеска — представительная часть пробы для испытаний, на которой проводят определение влаги.

4. Сущность метода

Высушивание навески на воздухе при $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ до постоянной массы.

5. Оборудование

5.1. Сушильный противень с гладкой и чистой поверхностью, на котором можно разместить пробу массой 1 кг или более толщиной не более 10 мм.

5.2. Сушильная печь с терморегулирующим устройством, позволяющим поддерживать температуру в любой точке печи в пределах $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$.

Для обеспечения качественного высушивания печь снабжена вентилятором, обеспечивающим циркуляцию воздуха в печи в такой степени, что общий объем воздуха в ней менялся по крайней мере трижды в течение 1 ч, не вызывая потери пробы.

5.3. Взвешивающее устройство с чувствительностью 1 г и более и точностью взвешивания, обеспечивающей требуемую повторяемость результатов.

Взвешивающее устройство должно быть защищено от влияния горячего сушильного противня соответствующим теплоизоляционным материалом.

6. Пробы для анализа

Пробы для анализа должны отбираться и приготавливаться в соответствии с ГОСТ 14180—80. Приготавливают две или более пробы на партию руды. Для каждого определения влаги используют все количество каждой пробы для анализа. Масса навески должна быть 1 кг и более, максимальный размер частиц руды — минус 10 мм.

7. Проведение анализа

7.1. Число определений

На каждой навеске проводят одно определение влаги.

7.2. Определение

Взвешивают сушильный противень (п. 5.1) с точностью до 1 г.

Размещают навеску на сушильном противне слоем не более 10 мм и немедленно взвешивают с точностью до 1 г. Записывают массу сушильного противня и общую массу противня с навеской.

Рассчитывают и записывают исходную массу навески.

Помещают сушильный противень с навеской в сушильную печь (п. 5.2) с температурой нагрева $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ и поддерживают эту температуру не менее 2 ч.

Для отжатых осадков выдерживают эту температуру в течение 5 ч. Удаляют сушильный противень с навеской из сушильной печи и сразу же взвешивают в горячем состоянии с целью свести к минимуму реабсорбцию атмосферной влаги. Альтернативно навеска может быть взвешена после охлаждения в сушильном шкафу с плотно прилегающей, обеспечивающей герметичность крышкой. В каждом случае метод взвешивания отмечают. Помещают снова сушильный противень с навеской в сушильную печь. Нагревают в течение 1 ч и повторяют взвешивание. Повторяют эти операции до тех пор, пока разность масс последовательных определений не будет 0,1 % и менее от исходной массы навески.

Примечание. Если серию определений влаги проводят на одном и том же виде плавикового шпата, требуемое время нагревания навески может быть определено по предварительно проведенным контрольным анализам.

(Продолжение см. с. 41)

(Продолжение изменения к ГОСТ 7619.1—74)

8. Расчет и выражение результатов

8.1. Определение влаги в каждой навеске

Массовую долю влаги (M_i) в процентах вычисляют по уравнению (1) и округляют результаты до второго десятичного знака

$$M_i = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \cdot 100, \quad (1)$$

где M_i — массовая доля влаги в каждой i -й навеске;

m_1 — исходная масса навески, г;

m_2 — масса навески после высушивания, г.

8.2. Определение влаги в партии

Массовую долю влаги в партии вычисляют по одному из уравнений, указанных ниже, и округляют результат до первого десятичного знака.

8.2.1. Если определение влаги проводят для каждой подпробы при отборе проб на основе массы, содержание влаги партии вычисляют по уравнению (2) как среднее арифметическое результатов для всех подпроб с учетом числа точечных проб в каждой подпробе

$$M = \frac{\sum_{i=1}^k N_i M_i}{\sum_{i=1}^k N_i}, \quad (2)$$

где M — массовая доля в партии, %;

k — число подпроб;

N_i — число точечных проб в i -й подпробе;

M_i — результат определения массовой доли влаги в i -й подпробе, %.

Если нецелесообразно опробовать всю партию, или целесообразно опробовать партию отдельными частями, неравными по массе, как это имеет место при отборе проб на основе времени, содержание влаги в каждой части определяют независимо и по уравнению (3) вычисляют содержание влаги в партии как среднее арифметическое отдельных результатов

(Продолжение см. с. 42)

(Продолжение изменения к ГОСТ 7619.1—74)

$$M = \frac{\sum_{i=1}^k m_i M_i}{\sum_{i=1}^k m_i} \quad (3)$$

где M — массовая доля влаги в партии, %;

k — число частей в партии;

m_i — масса i -й частицы;

M_i — результат определения влаги в i -й части, %.

8.2.2. Если определение массовой доли влаги проводят в каждой точечной пробе (навеске), массовую долю влаги в партии рассчитывают по уравнению (4) как среднее арифметическое результатов, полученных в соответствии с п. 8.1, для всех точечных проб

$$M = \frac{\sum_{i=1}^N M_i}{N} \quad (1)$$

где M — массовая доля влаги в партии, %;

N — число точечных проб, каждая из которых является представительной для равной пропорции партии;

M_i — результат определения массовой доли влаги в i -й точечной пробе, %.

9. Отчет об анализе

Отчет об анализе должен содержать:

идентификацию пробы;

ссылку на использованный метод;

результаты и способ их выражения;

справочный номер результата;

любые особенности, отмеченные во время анализа;

операции, не предусмотренные настоящим стандартом или стандартом, на который дается ссылка, или рассматриваемые как необязательные».

(ИУС № 4 1992 г.)