
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
2211—
2020

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ

Методы определения истинной плотности

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2020

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Обществом с ограниченной ответственностью «Научно-технический центр «Огнеупоры» (ООО «НТЦ «Огнеупоры»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 апреля 2020 г. № 129-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 июня 2020 г. № 308-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 2211—2020 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 марта 2021 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 56300—2014*

6 ВЗАМЕН ГОСТ 2211—65 (ИСО 5018—83)

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

* Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 июня 2020 г. № 308-ст ГОСТ Р 56300—2014 отменен с 1 марта 2021 г.

© Стандартиформ, оформление, 2020



В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ**Методы определения истинной плотности**

Refractories and refractory raw materials. Methods of true density determination

Дата введения — 2021—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает следующие методы определения истинной плотности огнеупоров:

- пикнометрический метод;
- экспресс-метод для динасовых огнеупорных изделий;
- аппаратный пикнометрический метод.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.2.007.9 (МЭК 519-1—84) Безопасность электротермического оборудования. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 2409 Огнеупоры. Метод определения кажущейся плотности, открытой и общей пористости, водопоглощения

ГОСТ 6613 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9880 Тoluол каменноугольный и сланцевый. Технические условия

ГОСТ 9949 Ксилит каменноугольный. Технические условия

ГОСТ ISO/IEC 17025 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 22524 Пикнометры стеклянные. Технические условия

ГОСТ 24104¹⁾ Весы лабораторные. Общие технические требования

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

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

¹⁾ В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Примечание — При использовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.eurasia.org) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на ссылочный документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 истинная плотность огнеупора: Отношение массы огнеупора к его истинному объему, выраженное в граммах на кубический сантиметр.

3.2 истинный объем огнеупора: Объем твердой фазы в огнеупоре, выраженный в кубических сантиметрах.

4 Требования безопасности

4.1 Помещения лаборатории должны быть оборудованы общеобменной приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

4.2 Электротехнические контрольно-измерительные приборы и лабораторное оборудование, а также условия их эксплуатации должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.019.

4.3 При работе с электротермическим оборудованием необходимо соблюдать требования ГОСТ 12.2.007.9.

4.4 Освещенность рабочих мест должна соответствовать требованиям, установленным в документах, действующих на территории государства, принявшего стандарт¹⁾.

4.5 При проведении испытаний должны применяться индивидуальные средства защиты: спецодежда, перчатки и т. д.

5 Пикнометрический метод определения истинной плотности²⁾

5.1 Сущность метода

Метод основан на определении массы аналитической пробы и ее истинного объема и последующем вычислении плотности.

Истинный объем аналитической пробы определяют при помощи пикнометра с использованием насыщающей жидкости:

- воды — если материал не взаимодействует с водой;
- обезвоженной жидкости (например, ксилол, толуол) — если материал взаимодействует с водой и не взаимодействует с насыщающей жидкостью.

5.2 Аппаратура, реактивы и вспомогательные устройства

Сушильный шкаф, обеспечивающий нагрев до температуры не ниже 110 °С с автоматическим поддержанием заданной температуры с допустимым отклонением в пределах ± 5 °С.

Вакуумная установка, обеспечивающая остаточное давление менее 2 кПа (15 мм рт. ст.) при отсутствии в системе сосуда с жидкостью.

Термостат, обеспечивающий постоянство температуры с допустимым отклонением ± 1 °С для воды и $\pm 0,2$ °С для других жидкостей.

Весы по ГОСТ 24104 или ГОСТ OIML R 76-1 класса точности II.

¹⁾ В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55710—2013 «Освещение рабочих мест внутри зданий. Нормы и методы измерений».

²⁾ Также, по соглашению сторон, допускается определять истинную плотность по [1].

Сита с сетками номер 05, 02 и 0063 по ГОСТ 6613.

Эксикатор по ГОСТ 25336, с осушающим агентом по технической документации.

Пикнометры вместимостью 25 см³ каждый типов ПЖ1, ПЖ2 и ПЖ3 по ГОСТ 22524.

Насыщающая жидкость: вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или ксилол по ГОСТ 9949 обезвоженный, или толуол по ГОСТ 9880, обезвоженный.

Фильтровальная бумага по технической документации.

Магнит по технической документации.

Ступка металлическая или неметаллическая (агатовая или корундовая) по технической документации.

5.3 Подготовка пробы

5.3.1 Пробу массой 100—200 г измельчают до прохождения без остатка через сито с сеткой номер 05.

5.3.2 Пробу перемешивают и сокращают до 25—50 г при помощи делительного аппарата или квартованием, затем измельчают частями по 5—10 г до прохождения без остатка через сито с сеткой номер 0063.

Допускается измельчать пробу до прохождения без остатка через сито с сеткой номер 02, если влияние изменения размера частиц с 0,2 мм до 0,063 мм на определяемое значение истинной плотности составляет менее 0,01 г/см³.

5.3.3 После измельчения из пробы удаляют частицы намототого железа с помощью магнита. Если исходный материал содержит магнитные включения, то обработка пробы магнитом не допускается. В этом случае пробу следует измельчить в неметаллической ступке (например, в агатовой или корундовой).

5.3.4 Пробу высушивают до постоянной массы при температуре 110 °С. Массу считают постоянной, если при повторной сушке в течение 15 мин при температуре 110 °С результаты взвешиваний перед сушкой и после сушки отличаются не более чем на 0,01 %.

Высушенную пробу хранят в эксикаторе.

5.4 Проведение испытания

5.4.1 Истинную плотность определяют параллельно на двух аналитических пробах.

5.4.2 Чистый сухой пикнометр взвешивают, после чего помещают в него аналитическую пробу массой 5—8 г в зависимости от плотности материала, а затем взвешивают пикнометр с аналитической пробой. Массу аналитической пробы определяют как разность масс пикнометра с аналитической пробой и пустого пикнометра. Пикнометр заполняют насыщающей жидкостью на 3—5 мм выше уровня пробы и выдерживают не менее 1 ч для более полного смачивания.

Примечание — Здесь и далее точность взвешивания обеспечивается классом точности весов. Результат взвешивания округляют до третьего десятичного знака.

5.4.3 Заполненный пикнометр вакуумируют не менее 30 мин. Давление в системе должно соответствовать парциальному давлению паров насыщающей жидкости.

Примечание — Парциальное давление паров воды должно быть не более 2 кПа. Если используют другую насыщающую жидкость, то выбирают давление, исключающее кипение жидкости.

После вакуумирования в пикнометр осторожно доливают насыщающую жидкость, предварительно подвергнутой вакуумированию по аналогичному режиму, до уровня на 0,5—1,0 см ниже края пикнометра. Пикнометр помещают в термостат и выдерживают не менее 30 мин при температуре на 2 °С — 5 °С выше температуры окружающей среды. После осветления жидкости пикнометр извлекают из термостата, при необходимости доводят уровень насыщающей жидкости до метки, после чего закрывают пикнометр пробкой, вытесняя излишки жидкости. Под пробкой не допускается наличие воздушных пузырей. Закрытый пикнометр протирают насухо фильтровальной бумагой и взвешивают.

5.4.4 Определяют массу пикнометра, заполненного насыщающей жидкостью. Для этого жидкость наливают в сухой, чистый, предварительно взвешенный пикнометр, и проводят действия по 5.4.3. Если используют насыщающую жидкость, отличную от дистиллированной воды, дополнительно определяют массу пикнометра, заполненного дистиллированной водой.

5.5 Обработка результатов

5.5.1 Истинную плотность ρ , г/см³, вычисляют по формуле

$$\rho = \frac{m \cdot \rho_{\text{ж}}}{m - (m_1 - m_2)}, \quad (1)$$

где m — масса аналитической пробы, г;

$\rho_{\text{ж}}$ — плотность насыщающей жидкости при температуре термостатирования, г/см³;

m_1 — масса пикнометра с аналитической пробой и насыщающей жидкостью, г;

m_2 — масса пикнометра с насыщающей жидкостью, г.

5.5.2 При использовании в качестве насыщающей жидкости дистиллированной воды ее плотность определяют по таблице А.1 (приложение А).

При использовании другой насыщающей жидкости ее плотность $\rho_{\text{ж}}$, г/см³, вычисляют по формуле

$$\rho_{\text{ж}} = \frac{(m_2 - m_3) \cdot \rho_{\text{H}_2\text{O}}}{m_4 - m_3}, \quad (2)$$

где m_2 — масса пикнометра с насыщающей жидкостью, г;

m_3 — масса сухого пикнометра, г;

$\rho_{\text{H}_2\text{O}}$ — плотность дистиллированной воды при температуре термостатирования, г/см³;

m_4 — масса пикнометра с дистиллированной водой, г.

5.5.3 За результат определения истинной плотности принимают среднеарифметическое значение истинной плотности, полученное по двум параллельным определениям. Разность между результатами двух параллельных определений не должна превышать 0,005 г/см³. Если данное условие не выполнено, проводят повторное испытание с использованием той же лабораторной пробы. Если при повторном испытании расхождение между результатами двух параллельных определений превышает допустимое, то испытание повторяют с использованием новой лабораторной пробы.

5.5.4 При сопоставительных испытаниях одной и той же пробы в разных лабораториях расхождение определяемых значений истинной плотности не должно превышать 0,01 г/см³.

6 Экспресс-метод определения истинной плотности динасовых огнеупорных изделий

6.1 Сущность метода

Метод основан на определении массы образца: высушенного, насыщенного водой и погруженного в воду. На основании полученных значений рассчитывают истинную плотность.

6.2 Средства измерений, аппаратура и материалы

Аппаратура, реактивы и вспомогательные устройства по ГОСТ 2409.

Термометр по ГОСТ 28498 или по технической документации с ценой деления шкалы 1 °С.

6.3 Подготовка образцов

6.3.1 Подготовка образцов — по ГОСТ 2409 со следующим дополнением: образец должен иметь форму призмы или цилиндра объемом от 150 до 200 см³.

6.4 Проведение испытания

6.4.1 Истинную плотность определяют параллельно на двух образцах, изготовленных из одного изделия.

Образец сушат при температуре 110 °С—135 °С до постоянной массы. Массу считают постоянной, если результат последующего взвешивания, проведенного не менее чем через 1 час после сушки, отличается от предыдущего не более чем на 0,1 %. Результат взвешивания записывают в граммах с точностью до первого десятичного знака.

Образец подвергают вакуумированию в вакуумной установке до получения остаточного давления не более 2 кПа (15 мм рт. ст.). Далее емкость для вакуумирования подсоединяют к вакуумному насосу и постепенно в течение 3 мин подают дистиллированную воду в таком количестве, чтобы она полностью

покрывала образцы. Затем насос отключают, соединяют емкость для вакуумирования с атмосферой и извлекают пропитанный образец.

Разрешается применять для вакуумирования и насыщения жидкостью образца автоматическую установку, аттестованную в установленном порядке.

Массу пропитанного образца, погруженного в воду, и массу пропитанного образца на воздухе определяют по ГОСТ 2409. Одновременно измеряют температуру используемой воды. Плотность дистиллированной воды при измеренной температуре определяют по таблице А.1 (приложение А).

6.5 Обработка результатов

6.5.1 Истинную плотность ρ , г/см³, вычисляют по формуле

$$\rho = \left(\frac{m_1}{m_1 - m_2} + \alpha \right) \cdot \rho_{\text{H}_2\text{O}}, \quad (3)$$

где m_1 — масса сухого образца, г;

m_2 — масса пропитанного образца, погруженного в воду, г;

α — поправка, учитывающая степень насыщения пор и температуру воды, таблица 1;

$\rho_{\text{H}_2\text{O}}$ — плотность дистиллированной воды при температуре термостатирования, г/см³.

Таблица 1

Температура воды, °С	Значение поправки α
13—17	0,006
18—23	0,004
24—27	0,002
28 и выше	0

6.5.2 За результат определения истинной плотности принимают среднеарифметическое значение истинной плотности, полученное по двум параллельным определениям, записанное с точностью до второго десятичного знака. Разность между результатами двух параллельных определений не должна превышать 0,01 г/см³. Если данное условие не выполнено, то проводят испытание пикнометрическим методом. При этом испытанию подвергают среднюю пробу, полученную измельчением обоих образцов, использованных для испытания экспресс-методом.

6.5.3 Если результат определения истинной плотности оказался равен пограничному нормируемому значению истинной плотности, то проводят испытание пикнометрическим методом. Полученное значение истинной плотности считают окончательным.

7 Аппаратурный пикнометрический метод определения истинной плотности

7.1 Сущность метода

Метод основан на определении истинного объема предварительно взвешенного образца при помощи газового пикнометра с автоматическим вакуумированием и насыщением инертным газом образца и с индикацией результата измерений.

7.2 Аппаратура

Пикнометр газовый с диапазоном измерения истинной плотности от 1 до 6 г/см³ и индикацией результата измерений, например типа Quantacrome или аналогичный.

Весы по ГОСТ 24104 или ГОСТ OIML R 76-1 класса точности I.

7.3 Подготовка пробы

Подготовку пробы проводят по 5.3.

7.4 Проведение испытания

Истинную плотность определяют параллельно на двух аналитических пробах.

Аналитическую пробу взвешивают и проводят определение истинной плотности в автоматическом режиме работы в соответствии с руководством по эксплуатации применяемого газового пикнометра.

Если разность результатов двух параллельных определений превышает заявленную погрешность измерений прибора, определение повторяют. При повторном превышении выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

За результат определения принимают среднеарифметическое значение истинной плотности, полученное по двум параллельным определениям.

8 Протокол испытаний

Результаты определений записывают в протокол, в котором указывают:

- обозначение настоящего стандарта;
- наименование организации, проводившей испытание;
- обозначение испытуемого огнеупора, марку, номер партии;
- дату проведения испытания;
- метод определения истинной плотности;
- значения истинной плотности каждого образца (пробы) и среднеарифметическое значение результатов определений;
- должность, фамилию, имя, отчество исполнителя;
- подпись исполнителя.

Примечание — Допускается проводить оформление результатов измерений в соответствии с ГОСТ ISO/IEC 17025, либо с правилами, действующими на конкретном предприятии.

Приложение А
(справочное)

А.1 Плотность воды, свободной от растворенного воздуха, в зависимости от температуры, приведена в таблице А.1.

Таблица А.1

Температура, °С	Плотность $\rho_{\text{H}_2\text{O}}$, г/см ³	Температура, °С	Плотность $\rho_{\text{H}_2\text{O}}$, г/см ³
10	0,9997	26	0,9968
11	0,9996	27	0,9965
12	0,9995	28	0,9962
13	0,9994	29	0,9959
14	0,9992	30	0,9956
15	0,9991	31	0,9953
16	0,9989	32	0,9950
17	0,9988	33	0,9947
18	0,9986	34	0,9944
19	0,9984	35	0,9940
20	0,9982	36	0,9937
21	0,9980	37	0,9933
22	0,9978	38	0,9930
23	0,9975	39	0,9926
24	0,9973	40	0,9922
25	0,9970	41	0,9918

Библиография

- [1] ISO 5018—83 Изделия огнеупорные. Метод определения истинной плотности
Refractory materials. Determination of true density

УДК 666.76.001.4:006.354

МКС 81.080

Ключевые слова: истинная плотность, огнеупоры, dinasовые огнеупорные изделия, пикнометрический метод, экспресс-метод, аппаратурный пикнометрический метод

БЗ 8—2020/31

Редактор *Е.А. Моисеева*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 02.07.2020. Подписано в печать 14.07.2020. Формат 60×84¹/₈. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,20.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru