МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 2642.2—2014

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ

Метод определения относительного изменения массы при прокаливании

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, применения, обновления и отмены».

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН 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 5 декабря 2014 г. № 46-2014)

За принятие стандарта проголосовали

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31 марта 2015 г. № 205-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 2642.2–2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 01 января 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 2642.2-86

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2015

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

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

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ

Метод определения относительного изменения массы при прокаливании

Refractories and refractory raw materials. Determination of loss on ignition

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на огнеупорное сырье, неформованные огнеупоры и огнеупорные изделия и устанавливает гравиметрический метод определения относительного изменения массы при прокаливании (от 0,1 % до 55 %).

Настоящий стандарт не распространяется на типы огнеупоров: углеродистые, оксидоуглеродистые, карбидкремниевые и бескислородные.

Примечание – Для оксидоуглеродистых огнеупоров допускается определять относительное изменение массы при прокаливании как характеристику суммарного содержания углерода и органических компонентов, если это предусмотрено нормативным документом на продукцию.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.2.007.9—93 (МЭК 519-1-84) Безопасность электротермического оборудования. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 2642.0–2014 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Общие требования к методам анализа

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

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

ГОСТ 24104-2001* Весы лабораторные. Общие технические требования

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

ГОСТ 28874—2004 Огнеупоры. Классификация

ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт 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 термины по ГОСТ 2642.0 и ГОСТ 28874.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228-2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания»

Издание официальное

4 Сущность метода

Метод заключается в определении относительного изменения массы пробы в результате прокаливания до постоянной массы при заданной температуре.

5 Общие положения

Общие требования к методам анализа – по ГОСТ 2642.0.

6 Средства измерений и аппаратура

При проведении определений по настоящему стандарту используют следующие средства измерений и аппаратуру:

- электрическая муфельная печь, обеспечивающая нагрев до температуры не ниже 1000 °С с автоматическим поддержанием заданной температуры;
- весы по ГОСТ 24104, класс точности II;
- эксикатор по ГОСТ 25336, в качестве осушающего агента применяют плавленый хлористый кальций по техническому документу или силикагель по техническому документу, окрашенный солями кобальта;
- тигли фарфоровые низкие 2, 3 или 4 по ГОСТ 9147;
- тигли из платины по ГОСТ 6563;
- тигли корундовые по нормативной документации.

7 Требования безопасности

7.1 Требования безопасности к электрической муфельной печи, применяемой для испытания, должны соответствовать ГОСТ 12.2.007.9.

7.2 Помещение для проведения испытания должно быть оборудовано вентиляцией в соответствии с ГОСТ 12.4.021.

7.3 При проведении испытания должны применяться индивидуальные средства защиты: спецодежда, перчатки и т. д.

8 Проведение испытания

8.1 Проведение испытаний кремнеземистых, алюмосиликатных и глиноземистых огнеупоров с массовой долей Al_2O_3 менее 95 %, магнезиальных огнеупоров, глин и каолинов

Фарфоровый, корундовый или платиновый тигель прокаливают при температуре (1000 ± 50) °С до постоянной массы и охлаждают в эксикаторе.

Массу считают постоянной, если результаты двух последующих взвешиваний отличаются не более чем на 0,1 %.

Аналитическую пробу массой 1,0 г, помещают в тигель и взвешивают.

Тигель с аналитической пробой устанавливают в электрическую печь, предварительно разогретую до температуры не выше 350 °С и постепенно нагревают до температуры (1000 ± 50) °С, выдерживают в течение 1 часа, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Для обожженных материалов допускается помещать тигель с аналитической пробой в печь с температурой не выше 600 °С.

Прокаливание повторяют до достижения постоянной массы. Повторные прокаливания проводят при температуре (1000 ± 50) °С, с выдержкой 20 минут.

Определения проводят параллельно по двум аналитическим пробам. Допускается проводить испытания двух аналитических проб последовательно.

8.2 Проведение испытания других типов огнеупоров и огнеупорного сырья (кроме глин и каолинов)

Фарфоровый тигель прокаливают при температуре (1000 ± 50) °С до постоянной массы и охлаждают в эксикаторе.

Массу считают постоянной, если результаты двух последующих взвешиваний отличаются не более чем на 0,1 %.

Аналитическую пробу массой 1,0 г, помещают в тигель и взвешивают.

Тигель с аналитической пробой устанавливают в муфельную печь, предварительно разогретую до температуры не выше 400 °С и постепенно нагревают до температуры (1000 ± 50) °С, выдерживают в течение 1 часа, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Для обожженных материалов допускается помещать тигель с аналитической пробой в печь с температурой (1000 ± 50) °С.

Прокаливание повторяют до достижения постоянной массы. Повторные прокаливания проводят при температуре (1000 ± 50) °С, с выдержкой 10 минут.

Определения проводят параллельно по двум аналитическим пробам. Допускается проводить испытания двух аналитических проб последовательно.

9 Обработка результатов

9.1 Относительное изменение массы при прокаливании (*X*) выражают в процентах и вычисляют по формуле:

$$X_{1,2} = \frac{(m_1 - m_2)}{m} 100, \quad (1)$$

где m_1 – масса тигля с аналитической пробой до прокаливания, г;

m_2 – масса тигля с аналитической пробой после прокаливания, г;

m – масса аналитической пробы, г.

9.2 Проверяют приемлемость результатов определения относительного изменения массы при прокаливании. Результат проверки считают удовлетворительным, если выполняется условие:

$$\left| X_1 - X_2 \right| \le r, \quad (2)$$

где X_1, X_2 - значения относительного изменения массы при прокаливании первой и второй аналитической пробы, %;

r – предел повторяемости (таблица 1).

За результат относительного изменения массы при прокаливании принимают среднеарифметическое значение $\overline{X}$, полученное На двух параллельных (последовательных) определениях, удовлетворяющих требованию приемлемости.

Если условие (2) не выполняется, проводят два дополнительных измерения и проверяют приемлемость вновь полученных результатов.

Если результаты дополнительных измерений не удовлетворяют требованиям приемлемости, то за результат измерений принимают среднее арифметическое четырех полученных значений при условии, что ряд последовательно полученных значений не имеет вид монотонно возрастающего или монотонно убывающего.

Примечание – Допускается проводить проверку приемлемости результатов в соответствии с [1].

9.3 В документе о качестве результат определения относительного изменения массы при прокаливании приводят в сокращенном формате без указания расширенной неопределенности.

По требованию заказчика результат определения относительного изменения массы при прокаливании может быть приведен в полном формате:

$$[X \pm U(X)], \quad (3)$$

где $U(X)$ – расширенная неопределенность при коэффициенте охвата k=2 (таблица 1).

Результат округляют до того же десятичного знака, которым заканчивается значение расширенной неопределенности $U(X)$.

10 Контроль точности измерений

10.1 Контроль внутрилабораторной прецизионности

Рассчитывают расхождение результатов измерений относительного изменения массы, полученное в условиях прецизионности (варьируемые факторы: время, оператор). При этом расхождение между двумя результатами измерений, не должно превышать значения внутрилабораторной прецизионности ($R_л$) (таблица 1):

$$\left| \overline{X}_1 - \overline{X}_2 \right| \le R_л, \quad (4)$$

где $\overline{X}_1$, $\overline{X}_2$ - первое и второе средние значения относительного изменения массы при прокаливании, %.

При превышении норматива измерения повторяют. При повторном превышении выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют.

Таблица 1 В процентах

Относительное изменение массы при прокаливании	Показатель и нормативы контроля точности		
	Расширенная Неопределенность, *U(X)*	Предел Повторяемости, *r*	Предел внутрилабораторной прецизионности, $R_л$
От 0,10 до 0,20 включ.	0,05	0,05	0,06
Св. 0,20 » 0,50 »	0,07	0,07	0,08
» 0,50 » 1,00 »	0,10	0,10	0,12
» 1,00 » 2,00 »	0,14	0,15	0,18
» 2,00 » 5,00 »	0,19	0,20	0,24
» 5,0 » 10,0 »	0,3	0,3	0,4
» 10,0 » 20,0 »	0,4	0,4	0,5
» 20,0 » 55,0 »	0,5	0,5	0,6

11 Протокол испытания

11.1 Результаты испытания записывают в протокол, в котором указывают:

- обозначение настоящего стандарта;
- наименование организации, проводившей испытания;
- дату проведения испытаний;
- обозначение испытуемого огнеупора или огнеупорного сырья (изготовитель, марка по нормативному документу, номер партии и т. д.);
- относительное изменение массы при прокаливании;
- должность, фамилия, имя, отчество исполнителя;
- подпись исполнителя.

Примечание – Допускается оформлять результаты измерений в соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 17025, либо с правилами, действующими на конкретном предприятии.

Библиография

[1] ISO 5725-6:1994/Cor.1:2001* Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике. Техническая поправка 1 (Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 6. Use in practice of accuracy values. Technical Corrigendum 1)

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике»

УДК 666.76:543.06:006.354 МКС 81.080 И 29

Ключевые слова: огнеупоры, относительное изменение массы при прокаливании, гравиметрический метод

Подписано в печать 07.04.2015. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 0,93. Тираж 31 экз. Зак. 1188.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru