

Н А Ц И О Н А Л Ь Н Ы Е   С Т А Н Д А Р Т Ы

# ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ

## Методы испытаний

### Часть 2

Издание официальное

Москва  
ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
2004

#### ОТ ИЗДАТЕЛЬСТВА

Сборник «Изделия огнеупорные. Методы испытаний. Часть 2» содержит стандарты, утвержденные до 1 августа 2004 г. В стандарты внесены изменения, принятые до указанного срока.

Текущая информация о вновь утвержденных и пересмотренных стандартах, а также о принятых к ним изменениях публикуется в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты»

© ИПК Издательство стандартов, 2004

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ  
ОГНЕУПОРНЫЕ ЦИРКОНИЙСОДЕРЖАЩИЕГОСТ  
13997.0—84

## Общие требования к методам анализа

Zirconium containing refractory materials and products.  
General requirements for methods of analysisМКС 81.080  
ОКСТУ 1509

Дата введения 01.07.85

1. Настоящий стандарт устанавливает общие требования к методам анализа материалов и изделий огнеупорных цирконийсодержащих: цирконовых концентратов, бадделитовых порошков, огнеупорных материалов и изделий цирконистого типа, а также из двуокиси циркония, стабилизированных оксидами кальция, магния, иттрия.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 4424—83 в части общих требований при анализе огнеупорных материалов и изделий с массовой долей двуокиси циркония до 65 % (кроме бадделитовых).

2. Отбор и подготовку проб для химического анализа проводят по ГОСТ 2642.0 со следующим дополнением: измельчение пробы до прохождения через сетку № 0063 по ГОСТ 6613 проводят в ступке из карбида вольфрама или двуокиси циркония.

Пробы порошковых материалов, отбираемые для определения металлического железа, дополнительному измельчению не подлежат.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. Пробу материала перед взятием навески для проведения анализа высушивают в течение 2 ч при 105—110 °С и тщательно перемешивают.

Определение массовой доли металлического железа и влаги проводят из воздушно-сухой пробы материала.

4. Взвешивание навесок проводят на лабораторных весах общего назначения по ГОСТ 24104\*, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г. Допускается применять другие весы, отвечающие указанным требованиям по своим метрологическим характеристикам.

5. Для приготовления водных растворов и проведения анализа применяют дистиллированную воду по ГОСТ 6709, деионизированную воду или другую воду, предусмотренную в стандарте на методы анализа. Применяемые реактивы должны иметь степень чистоты не ниже «чистый для анализа» (ч.д.а.) или другие, предусмотренные в стандартах на методы анализа.

Чистота металлов, применяемых при приготовлении стандартных растворов, должна быть указана в стандартах на методы анализа.

Лабораторная посуда — по ГОСТ 1770, ГОСТ 29227, ГОСТ 29251 и ГОСТ 25336. Допускается применять мерную посуду, поверенную по ГОСТ 8.234.

При разложении материалов сплавлением допускается применять наряду с платиновыми тиглями и платиновые чашки по ГОСТ 6563.

6. Концентрацию растворов выражают массовой концентрацией (г/дм<sup>3</sup>, г/см<sup>3</sup>, мг/см<sup>3</sup>), молярной концентрацией (моль/дм<sup>3</sup>), массовой долей (%), объемной долей (%) и плотностью (г/см<sup>3</sup>).

Степень разбавления кислот и растворов обозначают в виде А:В (например 1:4), где А — объемная часть разбавляемого реактива, В — объемная часть используемого растворителя.

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

Массовую концентрацию стандартных растворов, применяемых для титрования, устанавливают не менее чем по трем навескам исходного вещества и вычисляют с точностью не менее чем до четвертой значащей цифры. Допускается устанавливать массовую концентрацию стандартных растворов по СО.

4—6. (Измененная редакция, Изм. № 1).

7, 8. (Исключены, Изм. № 1).

9. При фотометрических методах анализа толщину светопоглощаемого слоя в кюветах необходимо выбирать так, чтобы получить оптимальную абсорбцию света для раствора соответствующего окрашенного соединения с учетом типа применяемого прибора.

Градуировочный график строят в системе прямоугольных координат: по оси абсцисс откладывают числовое значение концентрации или массы элемента, по оси ординат — значение аналитического сигнала. Способ и условия построения градуировочного графика (число точек, необходимое для построения графика и т.д.) указывают в конкретном стандарте на метод анализа. Допускается использовать метод сравнения аналитических сигналов пробы и стандартного раствора определяемого элемента или раствора стандартного образца. Проверку градуировочных графиков проводят периодически (не реже одного раза в квартал, а также после ремонта фотометра) по стандартным растворам.

10. Массовую долю каждого элемента в пробе определяют в двух навесках с проведением контрольного опыта.

За результат химического анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений с учетом результата контрольного опыта.

При проведении анализа с целью контроля погрешности среднего результата в тех же условиях проводят анализ стандартного образца не реже одного раза в смену.

При проведении анализов с продолжительностью более одной смены анализ стандартного образца проводят с каждой серией проб.

Для контроля выбирают стандартный образец, химический состав которого не должен отличаться от состава анализируемой пробы настолько, чтобы потребовалось изменить методику проведения анализа.

При отсутствии стандартных образцов контроль осуществляют по стандартным растворам.

11. Погрешность результата измерений (при  $P = 0,95$ ) не превышает предела  $\Delta$ , приведенного в стандарте на методы анализа, при выполнении следующих условий:

расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать (при  $P = 0,95$ ) значений  $d_2$ , приведенных в стандарте на метод анализа;

воспроизведенное в СО значение массовой доли элемента не должно отличаться от аттестованного больше, чем на величину  $\delta$  (при  $P = 0,85$ ), приведенную в стандарте на метод анализа.

При невыполнении одного из указанных требований проводят повторные измерения. Если и при повторных измерениях требования к точности результатов не выполняются, результаты анализа признают неверными, измерения прекращают до выявления и устранения причин, вызвавших нарушение нормального хода анализа.

12. Расхождение двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях (например при внутрилабораторном контроле воспроизводимости, при анализе арбитражных проб, одной и той же пробы, выполненной разными организациями и в разное время) не должно превышать значений  $d_x$ , приведенных в стандарте на метод анализа.

9—12. (Измененная редакция, Изм. № 1).

13. Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и соответствующее значение погрешности  $\Delta$ .

14. Числовое значение погрешности  $\Delta$  и нормативов контроля точности допускается выражать одной значащей цифрой.

15. Обеспечение требований безопасности труда — по ГОСТ 12.1.007 и нормативно-технической документации.

13—15. (Введены дополнительно, Изм. № 1).

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

## РАЗРАБОТЧИКИ

Л.А. Коробка, Г.И. Дмитренко, Л.А. Павлова

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 18.09.84 № 3241

## 3. ВЗАМЕН ГОСТ 13997.0—78

## 4. Стандарт соответствует СТ СЭВ 4424—83 в части общих требований к анализу огнеупоров (кроме бабделитовых)

## 5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8.234—77	5	ГОСТ 6709—72	5
ГОСТ 12.1.007—76	15	ГОСТ 24104—88	4
ГОСТ 1770—74	5	ГОСТ 25336—82	5
ГОСТ 2642.0—86	2	ГОСТ 29227—91	5
ГОСТ 6563—75	5	ГОСТ 29251—91	5
ГОСТ 6613—86	2		

## 6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

## 7. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в ноябре 1989 г. (ИУС 2—90)