ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЛОТНОСТИ

ГОСТ 2211—65
(ИСО 5018—83)

Издание официальное

Б3 9—93

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 666.76.001.4 : 006.354 Группа И29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ

Методы определения плотности

Refractories and refractory raw materials. Method of true density determination

ГОСТ 2211—65

(ИСО 5018—83)

ОКСТУ 1509

Дата введения 01.07.66

Настоящий стандарт предусматривает пикнометрический и экспресс-метод определения плотности огнеупоров и огнеупорного сырья.

Плотность огнеупоров в г/см³ определяют как отношение массы материалов к ее объему без пор.

Допускается по согласованию изготовителя с потребителем определение плотности огнеупоров и огнеупорного сырья по методике международного стандарта ИСО 5018—83, приведенного в приложении 2.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. ПИКНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

1.1. Аппаратура и материалы.

1.1.1. Для определения плотности должны применяться следующие аппаратура и материалы:

сита с сетками № 05, 02 и 0063 по ГОСТ 6613—88;

пикнометры вместимостью 25 см³ типов ПЖ1, ПЖ2 и ПЖ3 по ГОСТ 22524—77;

вакуумная установка, обеспечивающая остаточное давление менее 2000 Па (15 мм рт. ст.) при отсутствии в системе сосуда с жидкостью;

аналитические весы с пределом допускаемой погрешности взвешивания ±0,0002 г;

термостаты, обеспечивающие постоянство температуры с погрешностью не более ±0,2 (ксилол, толуол и другие жидкости) и ±1 °С (вода);

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1994

Переиздание с изменениями

шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры с точностью ±5 °С и нагревом до 150 °С;

эксикатор по ГОСТ 25336—82;

магнит;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

ксилол по ГОСТ 9949—76, толуол по ГОСТ 9880—76 или другие жидкости обезвоженные.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

1.2. Подготовка проб.

1.2.1. Среднюю пробу массой 100—200 г измельчают до прохождения без остатка через сито с сеткой № 05.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1.2.2. Пробу перемешивают и сокращают до 25—50 г при помощи делительного аппарата или квартованием и порциями по 5—10 г измельчают до прохождения без остатка через сито с сетками № 02 и 0063.

Измельчение пробы до крупности зерна 0,063 мм необходимо в тех случаях, когда из-за высокой закрытой пористости испытуемого материала уменьшение крупности зерна с 0,2 до 0,063 мм увеличивает определяемую величину плотности более чем на 0,01 г/см^3.

Степень измельчения пробы указывают в протоколе испытания.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

1.2.3. Если испытуемое сырье и огнеупоры содержат магнитные частицы, то следует выбрать такой способ измельчения, при котором проба дополнительно не загрязняется магнитными частицами.

Сырье в огнеупоры, не содержащие магнитных частиц, допускается измельчать в стальной ступке с последующим удалением намолотого железа с помощью магнита.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1.2.4. Растертую до требуемой зернистости пробу высушивают при температуре (110±5) °С до постоянной массы и хранят в эксикаторе над хлористым кальцием. Постоянство массы считается достигнутым, когда после дополнительной сушки в течение 15 мин, не наблюдается разница в массе более чем на 0,01%.

1.3. Проведение испытания.

1.3.1. Плотность огнеупоров определяют параллельно на двух навесках и огнеупорного сырья.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1.3.2. Все взвешивания производят с погрешностью не более ±0,0002 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3.3. Плотность материалов, взаимодействующих с водой, определяют насыщением их ксилолом, толуолом или другой обезвоженной жидкостью; материалов, не взаимодействующих с водой,— насыщением дистиллированной водой.

1.3.4. Из сухой пробы отбирают от 5 до 8 г материала (в зависимости от плотности) и засыпают его в предварительно взвешенный пикнометр. Пикнометр с пробой взвешивают, заполняют жидкостью на 3—5 мм выше уровня пробы и подвергают вакуумированию не менее 30 мин при давлении в системе, равном парциональному давлению паров насыщающей жидкости. Такой же обработке под вакуумом подвергают и жидкость, необходимую для дополнительного заполнения пикнометра. После отключения вакуума пикнометр осторожно доливают дегазированной жидкостью, не доливая до верха 0,5—1,0 см, и помещают в термостат не менее чем на 30 мин. По истечении указанного времени и при полном осветлении жидкости в горлышке пикнометра, пикнометр закрывают пробкой, вытесняя излишки жидкости, или доводят уровень жидкости в горлышке точно до метки и после закрывают пробкой. Затем пикнометр вынимают из термостата. При вытеснении жидкости пробкой в пикнометре под пробкой не должно быть воздушных пузырей; излишки жидкости над пробкой удаляют фильтровальной бумагой; температура в термостате должна быть на 2—5 °С выше температуры окружающей среды и поддерживаться с погрешностью не более ±1 °С.

При доведении уровня жидкости в пикнометре до метки температура в термостате может быть от 0 до 30 °С и должна поддерживаться с погрешностью не более ±1 °С при насыщении пробы водой и не более ±0,2 °С при насыщении пробы ксилолом, толуолом или другими жидкостями. Пикнометр, закрытый пробкой, насухо протирают и взвешивают.

1.3.3; 1.3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

1.3.5. Массу высушенного и заполненного водой (или другой жидкостью) пикнометра определяют по п. 1.3.4. Контроль массы пикнометра производят не реже одного раза в месяц.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3.6. Плотность ксилола или толуола или другой жидкости определяют таким же способом, что и плотность пробы.

1.4. Подсчет результатов испытания.

1.4.1. Плотность пробы (ρ) в г/см^3 вычисляют до 0,001 г/см^3 по формуле

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

где m — масса пробы в г;

m_1 — масса пикнометра с пробой и жидкостью в г;

m_2 — масса пикнометра с жидкостью в г;

$\rho_ж$ — плотность применяемой жидкости, г/см³, при температуре термостатирования.

1.4.2. Плотность применяемой жидкости ($\rho_ж$) в г/см³ (ксилола или толуола) вычисляют до 0,001 г/см³ по формуле

$$\rho_ж = \frac{(m_2 - m_3) \cdot \rho_{H_2O}}{m_4 - m_3},$$

где m_3 — масса сухого пикнометра в г;

m_4 — масса пикнометра с водой в г;

ρ_{H_2O} — плотность воды при температуре термостатирования.

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

1.4.1, 1.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

1.4.3. Разность между результатами двух параллельных определений не должна превышать 0,005 г/см³. В случае большего расхождения производят повторное испытание, для чего берут две новые навески из той же пробы.

Если при повторном испытании расхождения между результатами двух параллельных определений больше допустимого, испытания проводят на вновь приготовленной пробе.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.4.4. Плотность пробы определяют как среднее арифметическое двух параллельных определений.

Пример записи результата определения плотности:

2,358 г см³, крупность пробы 0,2 мм (или 0,063 мм).

1.4.5. При сопоставительных определениях плотности одной и той же пробы в разных лабораториях расхождение в результатах не должно превышать 0,01 г/см³.

2. ЭКСПРЕСС-МЕТОД

2.1. Экспресс-метод применяют только для динасовых изделий.

2.2. Аппаратура.

2.2.1. Для определения плотности динасовых изделий применяют приборы в соответствии с ГОСТ 2409—80 и термометр с ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498—90 для измерения температуры воды.

2.3. Подготовка образцов.

2.3.1. Для испытания отбирают образцы объемом около 150 см³ и готовят их к испытанию по ГОСТ 2409—80.

2.3.2. Плотность изделий определяют параллельно на двух образцах, изготовленных из одного и того же изделия.

2.3.3. Высушенные образцы взвешивают с точностью до 0,1 г, подвергают вакуумированию в вакуумной установке до получения остаточного давления не более 2000 Па (15 мм рт. ст.). Затем в сосуд для вакуумирования постепенно в течение не менее 3 мин вливают столько воды, чтобы она полностью покрыла образцы, и отключают вакуумный насос. Образцы до взвешивания должны оставаться под водой.

Насыщенные образцы взвешивают в воде, как указано в ГОСТ 2409—80. При этом температуру воды измеряют с точностью до 1 °С.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.4. Подсчет результатов испытания.

2.4.1. Плотность образца (ρ) в г/см³ вычисляют с точностью до 0,001 г/см³ по формуле

$$\rho = \frac{m_1}{m_1 - m_2} + a,$$

где m_1 — масса сухого образца в г;

m_2 — масса насыщенного образца при взвешивании в воде в г;

a — поправка, учитывающая степень насыщения пор и температуру воды.

Значения поправки a для разных температур воды приведены ниже.

Температура в °С	13—17	18—23	24—27	28 и выше
Поправка	0,006	0,004	0,002	0

2.4.2. Плотность образца определяют как среднее арифметическое двух параллельных измерений и округляют до 0,01 г/см³.

2.4.3. Разность результатов определения плотности двух образцов не должна превышать 0,01 г/см³. В случае большего расхождения производят определение плотности пикнометрическим методом. Для этого испытания подвергают среднюю пробу, полученную измельчением обоих образцов, использованных при экспресс-методе.

2.4.2, 2.4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4.4. Если результат определения плотности экспресс-методом оказался равным нормируемому пределу плотности по норматив-

но-технической документации на данный вид изделий, то испытание производят пикнометрическим методом и полученное при этом значение плотности считают окончательным.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Справочное

Плотность воды, свободной от растворенного воздуха, в зависимости от температуры

Температура, °С	Плотность ρ_{H_2O}, г/см³	Температура, °С	Плотность ρ_{H_2O}, г/см³	Температура, °С	Плотность ρ_{H_2O}, г/см³
10	0,9997	21	0,9980	32	0,9950
11	0,9996	22	0,9978	33	0,9947
12	0,9995	23	0,9975	34	0,9944
13	0,9994	24	0,9973	35	0,9940
14	0,9992	25	0,9970	36	0,9937
15	0,9991	26	0,9968	37	0,9933
16	0,9989	27	0,9965	38	0,9930
17	0,9988	28	0,9962	39	0,9926
18	0,9986	29	0,9959	40	0,9922
19	0,9984	30	0,9956	41	0,9918
20	0,9982	31	0,9953		

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

ИСО 5018—83 «МАТЕРИАЛЫ ОГНЕУПОРНЫЕ. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИСТИННОЙ ПЛОТНОСТИ».

Настоящий стандарт устанавливает метод определения истинной плотности огнеупорных изделий и материалов.

Истинная плотность — отношение массы высушенного материала к его действительному объему.

Действительный объем — объем сплошной части пористого материала.

1. Сущность метода

1.1. Истинную плотность определяют, измеряя сухую массу и действительный объем пробы материала после его дробления и измельчения до такой степени, чтобы, насколько, это возможно, не оставалось закрытых пор. Объем измельченного материала определяют, используя пикнометр и жидкость известной плотности, причем температуру жидкости регулируют или тщательно измеряют.

1.2. Для безобжиговых огнеупоров и исходных материалов может потребоваться предварительная обработка, условия которой должны быть согласованы между участвующими сторонами.

2. Аппаратура

В соответствии с п. 1.1.1 настоящего стандарта с дополнениями:

2.1. Пикнометр емкостью 25, 50 или 100 $см^3$ с притертой пробкой, имеющей капиллярное отверстие.

2.2. Весы с точностью взвешивания $\pm 0{,}1$ мг.

2.3. Ванна с термостатическим регулированием, в которой можно поддерживать температуру на 2—5 °С выше температуры окружающей среды, с точностью $\pm 0{,}2$ К.

2.4. Эксикатор.

3. Метод отбора образцов

3.1. Пробы отбирают в соответствии со схемой отбора стандартных проб, согласованной между заинтересованными сторонами.

3.2. Количество проб, отбираемых от фасонных изделий, устанавливается по согласованию сторон. Для облегчения дальнейшей статистической оценки от каждого изделия следует брать одинаковое количество проб.

3.3. Пробы измельчают до прохождения без остатка через сито.

3.4. Следует выбрать такой способ измельчения, при котором проба не загрязняется инородными веществами и исключена возможность попадания влаги.

3.5. Перед испытанием пробу высушивают до постоянной массы, т. е. до тех пор, пока результаты двух последовательных взвешиваний, проведенных до и после выдержки материала в сушильном шкафу не менее 2 ч, будут различаться не более чем на 0,1% массы испытуемого материала. Перед каждым взвешиванием испытуемый материал необходимо выдержать в эксикаторе до тех пор, пока он не остынет до комнатной температуры.

3.6. При подготовке основных огнеупорных материалов необходимо обратить внимание на полное предотвращение гидратации. Допускается сушить эти материалы при температуре не более 500 °С, что должно быть отмечено в протоколе испытаний.

4. Проведение испытания

4.1. Определение начальной массы испытуемого материала

4.1.1. Протереть пустой пикнометр и убедиться в том, что он абсолютно сухой. Для работы с пикнометром рекомендуется применять резиновые перчатки. Дать пикнометру возможность принять температуру окружающей среды.

4.1.2. Пустой и чистый пикнометр вместе с установленной пробкой взвесить с точностью до 0,0002 г.

4.1.3. Ввести в пикнометр сухой испытуемый материал в количестве, равном примерно $^1/_3$ объема пикнометра. После того как пикнометр вместе со своим содержимым вновь примет температуру окружающей среды, взвесить его с точностью до 0,0002 г. Разница этих двух взвешиваний представляет собой начальную массу испытуемого материала (m_1).

4.2. Определение массы пикнометра вместе с навеской испытуемого материала и применяемой жидкостью

4.2.1. Ввести в пикнометр порцию дистиллированной кипяченой воды, обработанной под вакуумом, или другой жидкости (см. таблицу) так, чтобы пикнометр был наполнен на $^1/_2$ или $^2/_3$ своего объема. Поместить пикнометр в эксикатор и с помощью вакуума создавать давление не более 25 мбар до тех пор, пока не перестанут появляться пузырьки воздуха. Для обеспечения полного смачивания пикнометр можно встряхивать с помощью вмонтированного в эксикатор встряхивающего устройства или любым другим способом. Если вместо воды используется другая жидкость, следует учесть, что она не должна кипеть при используемом давлении.

4.2.3. Наполнить пикнометр водой или другой выбранной жидкостью почти доверху и дать его содержимому отстояться так, чтобы находящаяся сверху жидкость была лишь слегка замутнена (обычно достаточно дать содержимому пикнометра отстояться в течение ночи).

4.2.4. Аккуратно наполнить пикнометр, вставить стеклянную пробку и тщательно удалить перелившуюся жидкость. Поместить пикнометр в термостатическую регулируемую ванну и нагреть его до температуры, на 2—5 °С превышающей температуру окружающей среды (эта температура является температурой испытания, с которой связано все определение). Поддерживать эту температуру постоянной в пределах ±0,2 К.

4.2.5. По мере повышения температуры через капиллярное отверстие в пробке выливается небольшое количество жидкости. С помощью фильтровальной бумаги тщательно удалить эту перелившуюся жидкость. Пикнометр достигает температуры испытаний, когда жидкость перестает вытекать из капиллярного отверстия. Взять пикнометр из термостатически регулируемой ванны так, чтобы тепло рук не нагрело пикнометр и не вызвало дальнейшего перелива жидкости (избежать такого нагрева можно, погрузив наполненный пикнометр на несколько секунд в холодную воду так, чтобы не замочить верхнюю часть горлышка или пробку). Тщательно вытереть и высушить пикнометр снаружи и взвесить его с точностью до 0,0002 г.

4.3. Определение массы пикнометра, наполненного используемой жидкостью

4.3.1. Освободить и почистить пикнометр и наполнить его почти доверху водой или другой выбранной для испытаний жидкостью.

Температура, °С	Плотность, г/см³	Температура, °С	Плотность, г/см³
15	0,999 099	23	0,997 538
16	0,998 943	24	0,997 296
17	0,998 774	25	0,997 044
18	0,998 595	26	0,996 783
19	0,998 405	27	0,996 512
20	0,998 203	28	0,996 232
21	0,997 992	29	0,995 944
22	0,997 770	30	0,995 646

4.3.2. Повторить процедуру, приведенную в пп. 4.2.3 и 4.2.4, для определения массы пикнометра, наполненного используемой жидкостью.

5. Обработка результатов

5.1. Истинную плотность (ρ) г/см³ вычисляют по формуле

$$\rho = \frac{m_1}{m_3 + m_1 - m_2} \cdot \rho_{ж},$$

где $\rho_{ж}$ — плотность используемой жидкости при температуре термостата (для плотности воды, см. таблицу), г/см³;

m_1, m_2, m_3 — массы, определенные в соответствии с разд. 4.

5.2. Выразить истинную плотность в килограммах на кубический метр или граммах на кубический сантиметр с точностью до третьего знака или после запятой.

6. Протокол испытаний

6.1. Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

а) название организации проводящей испытания;

б) дату проведения испытания;

в) ссылки на настоящий международный стандарт, т. е. определение истинной плотности в соответствии с ИСО 5018;

г) обозначение испытуемого материала (поставщик или месторождение, тип, партия, количество и т. п.);

д) количество проб от одного изделия;

е) массу пробы;

ж) размер зерна после измельчения;

з) тепловую обработку, если она применяется;

и) давление в вакуумном устройстве;

к) используемую жидкость;

л) температуру испытаний;

м) отдельные значения и средние значения истинной плотности для каждой пробы.

7. Метод определения истинной плотности материалов с плохой смачиваемостью

7.1. Если испытуемый материал плохо смачивается жидкостью и после добавки жидкости образует не очень качественную суспензию, то вместо метода, приведенного в п. 4.2, может быть использован следующий метод.

7.2. Залить в сухой пикнометр порцию дистиллированной кипяченой воды, обработанной под вакуумом, или другой жидкости с определенной плотностью, заполнив пикнометр не более чем на $^1/_4$ его объема. Взвесить пикнометр с жидкостью с точностью до 0,0002 г.

7.3. Засыпать в пикнометр испытуемый материал в количестве, равном примерно $^1/_3$ объема пикнометра. Снова взвесить пикнометр с точностью до 0,0002 г.

7.4. Разница этих двух взвешиваний представляет собой начальную массу испытуемого материала.

(Введено дополнительно, Изм. № 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Техническим комитетом ТК 9 «Огнеупоры»

   РАЗРАБОТЧИКИ

   К. К. Стрелов, А. Ф. Бессонов, Д. И. Лопатинская, Л. Л. Самарин, Н. Н. Урюпина, Л. А. Тарасова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета от 23.09.86 № 2748

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. В настоящий стандарт введен международный стандарт ИСО 5018—83 «Изделия огнеупорные. Метод определения истинной плотности»

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 2409—80	2.2.1, 2.3.1, 2.3.3
ГОСТ 6613—86	1.1
ГОСТ 6709—72	1.1
ГОСТ 9880—76	1.1
ГОСТ 9949—76	1.1
ГОСТ 22524—77	1.1
ГОСТ 25336—82	1.1
ГОСТ 28498—90	2.2.1

6. Проверен в 1992 г. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 08.07.92 № 662

7. Переиздание (март 1994 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в январе 1982 г., сентябре 1986 г., июле 1992 г. (ИУС 5—82, 12—86, 9—92)

Редактор Л. Д. Курочкина
Технический редактор В. Н. Прусакова
Корректор В. И. Варенцова

Сдано в набор 12.04.94. Подп. в печ. 16.05.94. Усл. печ. л. 0,70. Усл. кр.-отт. 0,70. Уч.-изд. л. 0,63. Тир. 342 экз. С 1329.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 135

gost.e-ecolog.ru