ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56300— 2014

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИСТИННОЙ ПЛОТНОСТИ

ISO 5018:1983
(NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации установлены в Российской Федерации Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации – ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН ОАО «Восточный институт огнеупоров»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 9 «Огнеупоры»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 12 декабря 2014 г. № 1981-ст

4 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений международного стандарта ИСО 5018:1983 «Изделия огнеупорные. Метод определения истинной плотности» (ISO 5018:1983 «Refractory materials. Determination of true density»)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске информационного указателя «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 (gost.ru)

© Стандартинформ, 2015

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ
Методы определения истинной плотности

Refractories and refractory raw materials. Methods of true density determination

Дата введения — 2015—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает пикнометрический и экспресс-методы определения истинной плотности и распространяется на огнеупоры и огнеупорное сырье (далее — материалы).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 52540—2006 Глины огнеупорные и каолины для производства огнеупоров. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ Р 52667—2006 Огнеупоры неформованные. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ Р 52918—2008 Огнеупоры. Термины и определения

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 2409—95 (ИСО 5017:1988) Огнеупоры. Метод определения кажущейся плотности, открытой и общей пористости, водопоглощения

ГОСТ 6613—86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8179—98 (ИСО 5022:1979) Изделия огнеупорные. Отбор образцов и приемочные испытания

ГОСТ 9880—76 Толуол каменноугольный и сланцевый. Технические условия

ГОСТ 9949—76 Ксилол каменноугольный. Технические условия

ГОСТ 22524—77 Пикнометры стеклянные. Технические условия

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

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 28874—2004 Огнеупоры. Классификация

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 заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р 52918, ГОСТ 28874, а также следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **закрытые поры**: Поры в огнеупоре, изолированные от внешней среды.

4 Сущность пикнометрического метода

4.1 Истинную плотность материала определяют отношением массы сухой пробы измельченного материала к его истинному объему. Измельчение предназначено для уменьшения влияния закрытых пор в материале на результат испытания.

4.2 Истинный объем измельченного материала определяют при помощи пикнометра с использованием насыщающей жидкости: воды – если испытуемый материал не взаимодействует с водой; обезвоженной жидкости (например, ксилол, толуол) – если испытуемый материал взаимодействует с водой и не взаимодействует с обезвоженной жидкостью.

5 Средства измерений, аппаратура и материалы

В настоящем стандарте используют следующие средства измерений, аппаратуру, вспомогательные устройства и материалы.

5.1 Пикнометр вместимостью 25 $см^3$ типа ПЖ 1, ПЖ 2 и ПЖ 3 по ГОСТ 22524.

5.2 Сита с сетками № 05 и № 0063 по ГОСТ 6613.

5.3 Вакуумная установка, обеспечивающая остаточное давление менее 2000 Па (15 мм рт. ст.) при отсутствии в системе емкости с жидкостью.

5.4 Весы по ГОСТ Р 53228 высокого (II) класса точности.

5.5 Термостат, обеспечивающий постоянство температуры с погрешностью в пределах ± 0,2 °С при использовании обезвоженных жидкостей и в пределах ± 1 °С при использовании воды.

5.6 Сушильный шкаф, обеспечивающий температуру (150 ± 5) °С.

5.7 Эксикатор по ГОСТ 25336.

5.8 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

5.9 Обезвоженные жидкости: ксилол по ГОСТ 9949, толуол по ГОСТ 9880. Допускается применение других обезвоженных жидкостей, не взаимодействующих с испытуемым материалом, если он взаимодействует с водой.

5.10 Магнит.

5.11 Ступка стальная или неметаллическая.

6 Отбор и подготовка проб

6.1 Отбор проб и подготовку лабораторной пробы производят по ГОСТ Р 52540, ГОСТ Р 52667, ГОСТ 8179, по нормативному документу на продукцию или по соглашению сторон.

6.2 Пробу массой от 100 до 200 г измельчают до прохождения без остатка через сито № 05.

6.3 Измельченную пробу перемешивают и сокращают до массы от 25 до 50 г. Затем квартованием отбирают навески массой (5 – 10) г, которые подвергают дальнейшему измельчению до прохождения без остатка через сито № 0063.

6.4 Способ измельчения

6.4.1 Выбор способа измельчения зависит от наличия магнитных частиц в испытуемом материале.

6.4.2 Если испытуемый материал не содержит магнитных частиц, то допускается измельчение в стальной ступке с последующим удалением намолотого железа при помощи магнита.

6.4.3 Если испытуемый материал содержит магнитные частицы, то следует выбрать такой способ измельчения, при котором проба дополнительно не загрязняется магнитными частицами. Рекомендуется проводить измельчение в неметаллической ступке, например, агатовой или корундовой.

6.5 Измельченную пробу высушивают при температуре (110 ± 5) °С до постоянной массы. Массу считают постоянной, если после повторной сушки в течение 15 мин результат взвешивания отличается от предыдущего не более чем на 0,01 %. Пробу хранят в эксикаторе с поглотителем влаги.

7 Проведение испытания и обработка результатов

7.1 Истинную плотность материала определяют параллельно на двух пробах.

Погрешность при взвешивании должна быть в пределах ± 0,0002 г.

7.2 Истинную плотность материала определяют следующим образом.

7.2.1 Сухой чистый пикнометр взвешивают, помещают в него сухую пробу материала массой от 5 до 8 г в зависимости от плотности материала.

7.2.2 Пикнометр с пробой взвешивают, заполняют жидкостью по 4.2 выше уровня пробы от 3 до 5 мм, выдерживают не менее одного часа для более полного смачивания и подвергают вакуумированию до тех пор, пока не перестанут появляться пузырьки воздуха, но не менее, чем 30 мин, при давлении в системе, равном парциальному давлению паров насыщающей жидкости.

Парциальное давление паров воды должно быть не более 2 кПа. Если вместо воды используют другую жидкость, следует учесть, что она не должна кипеть при используемом давлении.

7.2.2.1 Жидкость, необходимую для дополнительного заполнения пикнометра, подвергают вакуумированию по 7.2.2.

7.2.3 Пикнометр после вакуумирования доливают подготовленной по 7.2.2.1 жидкостью до уровня ниже верха от 0,5 до 1,0 см и помещают в термостат не менее чем на 30 мин до полного осветления жидкости в горлышке пикнометра.

Температура в термостате должна превышать температуру окружающей среды от 2 °С до 5 °С с погрешностью в пределах ±1 °С – при насыщении пробы водой и с погрешностью в пределах ± 0,2 °С – при насыщении пробы ксилолом, толуолом или другими обезвоженными жидкостями.

7.2.4 После осветления жидкости в горлышке пикнометр закрывают пробкой, вытесняя излишки жидкости и не допуская образования воздушных пузырей под пробкой. Перелившуюся жидкость над пробкой удаляют фильтровальной бумагой.

7.2.5 При необходимости доводят уровень жидкости до метки и затем закрывают пробкой.

7.2.6 Пикнометр вынимают из термостата, насухо протирают, взвешивают.

7.2.7 После взвешивания пикнометр освобождают от содержимого, очищают, заполняют насыщающей жидкостью. Массу заполненного пикнометра определяют по 7.2.1 – 7.2.6.

7.2.8 Плотность насыщающей жидкости определяют таким же методом, что и плотность пробы.

7.3 Истинную плотность материала ρ г/см^3, вычисляют по формуле

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

где $\rho_ж$ – плотность насыщающей жидкости при температуре термостатирования, г/см^3;

m – масса пробы, г;

m_1 – масса пикнометра с пробой и насыщающей жидкостью, г;

m_2 – масса пикнометра с насыщающей жидкостью, г.

Результат округляют до третьего десятичного знака.

7.3.1 Плотность насыщающей жидкости $\rho_ж$, г/см^3, вычисляют по формуле

$$\rho_ж = \frac{(m_2 - m_3) \cdot \rho_{H_2O}}{m_4 - m_3}, \quad (2)$$

где ρ_{H_2O} – плотность воды, свободной от растворенного воздуха, при температуре термостатирования, г/см^3, в соответствии с таблицей А.1 (приложение А);

m_3 – масса сухого пикнометра, г;

m_4 – масса пикнометра с водой, г.

Результат округляют до третьего десятичного знака.

7.4 Расхождение результатов двух параллельных определений не должно превышать 0,005 г/см^3. В случае большего расхождения проводят повторное испытание по 7.1 – 7.3. В случае большего расхождения при повторном испытании проводят испытание на вновь приготовленной пробе.

7.5 Истинную плотность материала определяют как среднеарифметическое двух параллельных определений.

7.6 Расхождение результатов определения истинной плотности одной пробы разными лабораториями не должно превышать 0,02 г/см^3.

8 Экспресс-метод определения истинной плотности динасовых огнеупорных изделий

8.1 Для определения истинной плотности изделий применяют аппаратуру — по ГОСТ 2409 (раздел 5) и термометр по ГОСТ 28498 с ценой деления шкалы 1 °С.

8.2 Пробу (количество изделий) отбирают по ГОСТ 8179 или по соглашению сторон.

8.3 Из отобранных изделий изготовляют образцы объемом не менее 150 $см^3$.

8.4 Испытание проводят параллельно на двух образцах, изготовленных из одного изделия.

Погрешность при взвешивании образцов должна быть в пределах ±0,1 г.

8.5 Истинную плотность динасовых огнеупорных изделий определяют следующим образом.

8.5.1 Образцы высушивают при температуре (110 ± 5) °С до постоянной массы. Массу считают постоянной, если после повторной сушки в течение 15 мин результат взвешивания отличается от предыдущего не более чем на 0,1 %. Образцы хранят в эксикаторе.

8.5.2 Сухие образцы взвешивают, помещают в вакуумную установку, подвергают вакуумированию до получения остаточного давления не более 2000 Па (15 мм рт.ст.) в системе. Затем в емкость для вакуумирования в течение не менее

3 мин постепенно вливают воду до полного погружения образца и отключают вакуумный насос. До взвешивания образец должен находиться под водой. Насыщенные водой образцы взвешивают по ГОСТ 2409 (подраздел 7.3), определяют температуру воды с погрешностью 1 °С.

8.6 Истинную плотность образца ρ г/$см^3$, вычисляют по формуле

$$\rho = \frac{m_{сух}}{m_{сух} - m_{нас.ж}} + \alpha \ , \qquad (3)$$

где $m_{сух.}$ - масса сухого образца, г;

$m_{нас.ж}$ – масса насыщенного водой образца, взвешенного в воде, г;

α – поправка, учитывающая степень насыщения пор и температуру воды в соответствии с таблицей А.2 (приложение А).

Результат округляют до второго десятичного знака.

8.7 Расхождение результатов двух параллельных определений не должно превышать 0,01 г/$см^3$. В случае большего расхождения (или при получении результата, равного предельному значению по нормативному документу) производят определение истинной плотности пикнометрическим методом на лабораторной пробе, подготовленной из образцов, испытанных экспресс-методом.

8.8 Истинную плотность определяют как среднеарифметическое двух параллельных определений и результат округляют до второго десятичного знака.

9 Протокол испытания

Результаты испытания заносят в протокол, в котором указывают:

а) наименование организации, проводившей испытание;

б) дату проведения испытания;

в) обозначение настоящего стандарта;

г) маркировку материала (предприятие- изготовитель, марка, номер партии и т. п.);

д) метод определения истинной плотности;

е) наименование насыщающей жидкости;

ж) температуру при проведении испытания;

з) давление в вакуумной установке;

и) значение истинной плотности (каждое значение и среднеарифметическое);

к) подпись исполнителя.

Приложение А
(обязательное)

Плотность воды, свободной от растворенного воздуха, и значение поправки α

А.1 Плотность воды, свободной от растворенного воздуха, при температуре термостатирования приведена в таблице А.1.

Таблица А.1

Температура, °С	Плотность ρ_{H_2O}, г/см^3	Температура,°С	Плотность ρ_{H_2O}, г/см^3	Температура, °С	Плотность ρ_{H_2O}, г/см^3
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	0,990
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		

А.2 Значения поправки α для разных температур воды приведены в таблице А.2.

Таблица А.2

Температура,°С	От 13 до 17 включ.	От 18 до 23 включ.	От 24 до 27 включ.	От 28 и выше
α	0,006	0,004	0,002	0

УДК 666.76.001.4:006.354 ОКС 81.080

Ключевые слова: огнеупоры, динасовые изделия, метод определения истинной плотности, экспресс-метод, пикнометр, вакуумирование

Подписано в печать 12.01.2015. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 0,93. Тираж 33 экз. Зак. 164.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

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

gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru