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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 2642.15— 2021

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ

Методы определения общего углерода

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2021

gost.e-ecolog.ru

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 июня 2021 г. № 141-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	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 20 августа 2021 г. № 751-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 2642.15—2021 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 ноября 2020 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 2642.15—97

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»

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2021

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 2
4 Требования безопасности 2
5 Кулонометрический метод определения общего углерода (при массовой доле от 0,03 % до 40 %) . . 2
6 Инфракрасно-абсорбционный метод определения массовой доли общего углерода (при массовой доле от 2,5 % до 20 %) 3
7 Инфракрасно-абсорбционный метод определения массовой доли общего углерода (при массовой доле от $1 \cdot 10^{-4}$ % до 100 %) 4
8 Обработка результатов определений 4
9 Протокол испытания 4

МКС 81.080

Поправка к ГОСТ 2642.15—2021 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения общего углерода

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие, пункт 4	с 1 ноября 2020 г.	с 1 ноября 2021 г.

(ИУС № 2 2022 г.)

Поправка к ГОСТ 2642.15—2021 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения общего углерода

Дата введения — 2021—09—06

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Таблица согласования	—	Киргизия | KG | Кыргызстандарт

(ИУС № 1 2022 г.)

Поправка к ГОСТ 2642.15—2021 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения общего углерода

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Туркмения	ТМ	Главгосслужба «Туркменстандартлары»

(ИУС № 9 2025 г.)

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

Методы определения общего углерода

Refractories and refractory raw materials. Methods for determination of general carbon

Дата введения — 2021—11—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на огнеупоры и огнеупорное сырье, кроме карбидкремниевых, и устанавливает методы количественного определения общего углерода:

- кулонометрический при массовой доле от 0,03 % до 40 %;
- инфракрасно-абсорбционный при массовой доле от 2,5 % до 20 %;
- инфракрасно-абсорбционный метод определения массовой доли общего углерода (при массовой доле от $1 \cdot 10^{-4}$ % до 100 %).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.4.253 (EN 166:2002) Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты глаз. Общие технические требования

ГОСТ 546 Катоды медные. Технические условия

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

ГОСТ 5583 (ИСО 2046—73) Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия

ГОСТ 6613 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

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

ГОСТ 24104[1)] Весы лабораторные. Общие технические требования

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на 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.

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

Издание официальное

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 2642.0 с дополнениями по 3.1.1—3.1.3.

3.1.1 Аналитическую пробу отбирают от лабораторной пробы, высушенной при температуре (105 ± 5) °С до постоянной массы.

3.1.2 Химический анализ безобжиговых и/или пропитанных изделий проводят на аналитической пробе, сформированной из образцов после термообработки или коксования.

3.1.3 Не допускается проводить анализ по настоящему стандарту на прокаленной пробе.

4 Требования безопасности

4.1 Требования безопасности — по ГОСТ 2642.0 с дополнением по 4.1.1.

4.1.1 При проведении испытаний должны применяться индивидуальные средства защиты глаз по ГОСТ 12.4.253.

5 Кулонометрический метод определения общего углерода (при массовой доле от 0,03 % до 40 %)

5.1 Сущность метода

Метод основан на сжигании аналитической пробы в токе кислорода при температуре 1150—1200 °С, поглощении выделившегося углекислого газа поглотительным раствором с соответствующим начальным значением pH и дальнейшем измерении на установке кулонометрического титрования необходимого для воспроизведения начального значения pH количества электричества, которое пропорционально массовой доле углерода в аналитической пробе.

5.2 Аппаратура, реактивы, растворы и вспомогательные устройства

Экспресс-анализатор типа АН-29, АН-7529, АУС-7544 со всеми принадлежностями или любого другого типа, обеспечивающий необходимую точность результатов анализа.

Горизонтальная трубчатая печь любого типа с терморегулятором, обеспечивающая поддержание температуры 1200 °С с пределами допустимого отклонения ± 50 °С.

Весы по ГОСТ 24104 или по ГОСТ OIML R 76-1, класс точности высокий.

Кислород газообразный технический по ГОСТ 5583.

Лодочки фарфоровые по ГОСТ 9147, предварительно прокаленные в токе кислорода при температуре 1150—1200 °С до полного выгорания углерода. Прокаленные лодочки сохраняют в эксикаторе, шлиф крышки эксикатора не должен покрываться смазочным веществом.

Катоды медные по ГОСТ 546.

Оксид бора по технической документации.

Оксид свинца (II) по технической документации.

Смесь для сплавления: 44 г оксида свинца (II), прокаленного при температуре 600 °С, смешивают с 7 г оксида бора.

Поглотительный и вспомогательный растворы готовят в соответствии с типом используемой кулонометрической установки.

5.3 Порядок подготовки к выполнению измерения

Экспресс-анализатор подготавливают к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Градуировку экспресс-анализатора осуществляют путем проведения нескольких анализов стандартного образца, близкого по значению к анализируемой пробе.

Для удаления следов углерода из установки, например перед началом анализа, пропускают кислород и прокаливают трубку. Пропускание кислорода и прокаливание трубки проводят до получения постоянных показаний прибора. Стрелку индикатора «pH» устанавливают в нулевом положении.

5.4 Выполнение измерения

Аналитическую пробу массой 0,1—0,5 г (в зависимости от содержания углерода в пробе) помещают в фарфоровую лодочку и покрывают равномерным слоем плавня. В качестве плавня используют

металлическую медь из медного катода или смесь для сплавления (отношение масс навесок плавня и пробы составляет 1:1).

Для контроля правильности результатов анализа перед началом работы и через каждые 3—4 ч во время работы сжигают 2—3 навески стандартного образца с известной массовой долей углерода, близкой к анализируемой. Лодочку помещают в рабочую часть печи и сжигают пробу в токе кислорода при температуре 1200 °С.

Анализ считают законченным, если показания прибора не меняются в течение 1 мин или изменяются на величину холостого счета прибора.

Проводят контрольное измерение, для чего в прокаленную фарфоровую лодочку помещают соответствующее количество плавня и сжигают его при рабочей температуре в течение времени, затраченного на сжигание анализируемого материала.

5.5 Обработка результатов

Массовую долю общего углерода w_C, %, вычисляют по формуле

$$w_C = \frac{C_1 - C_2}{m} \cdot m_{гр}, \quad (1)$$

где C_1 — показания индикатора при испытании аналитической пробы, %;

C_2 — показания индикатора при контрольном измерении, %;

m — масса аналитической пробы, г;

$m_{гр}$ — масса, на которую градуирован экспресс-анализатор, г.

Определение содержания общего углерода проводят последовательно на двух аналитических пробах.

За результат определения принимают среднее арифметическое значение массовой доли общего углерода.

Обработка результатов определений, нормы точности и нормативы контроля точности приведены в разделе 8.

6 Инфракрасно-абсорбционный метод определения массовой доли общего углерода (при массовой доле от 2,5 % до 20 %)

6.1 Сущность метода

Метод основан на сжигании аналитической пробы, помещенной в специальную лодочку для сжигания, в токе кислорода при температуре (1250 ± 100) °С и последующем измерении содержания общего углерода методом инфракрасной абсорбции.

6.2 Аппаратура, реактивы, растворы и вспомогательные устройства

Автоматический анализатор на углерод, принцип работы которого основан на принципе инфракрасной спектрометрии, любого типа, со всеми принадлежностями.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданной температуры сушки 110 °С с пределами допустимого отклонения ±5 °С.

Весы по ГОСТ 24104 или по ГОСТ OIML R 76-1, класс точности высокий.

Стандартные образцы, состав которых соответствует области применения данной методики, с аттестованным значением массовой доли общего углерода (например, ГСО 684-89П, СОП 13704-06 (ПУ-09-06)).

Лодочки для сжигания, предварительно прокаленные в токе кислорода при температуре (1250 ± 100) °С до полного выгорания углерода. Прокаленные лодочки хранят в эксикаторе, шлиф крышки которого не должен покрываться смазывающими веществами.

Кислород технический газообразный по ГОСТ 5583.

Допускается использовать другие средства измерений, материалы, реактивы и растворы, обеспечивающие точность анализа, предусмотренную настоящей методикой.

6.3 Выполнение измерений

В предварительно прокаленную лодочку помещают аналитическую пробу массой 0,1—0,5 г, и проводят измерение в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора.

Для проведения контрольного измерения в предварительно прокаленную лодочку помещают навеску стандартного образца той же массой, что и при сжигании аналитической пробы, и проводят измерение в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

Углеродная ИК-ячейка измеряет концентрацию углекислого газа (CO_2).

Индикация результата измерений осуществляется в процентах. Пересчет измеренной величины в необходимую размерность осуществляется автоматически при помощи уравнений, которые принимают в расчет массу аналитической пробы и калибровку прибора.

Определение содержания общего углерода проводят последовательно на двух аналитических пробах.

За результат определения принимают среднеарифметическое значение массовой доли общего углерода.

Обработка результатов определений, нормы точности и нормативы контроля точности приведены в разделе 8.

7 Инфракрасно-абсорбционный метод определения массовой доли общего углерода (при массовой доле от $1 \cdot 10^{-4}$ % до 100 %)

7.1 Сущность метода

Метод основан на определении массовой доли общего углерода при помощи анализатора, предназначенного для данного вида измерений, с автоматическим взвешиванием аналитической пробы и с индикацией результата измерений.

Принцип действия анализатора основан на сжигании аналитической пробы в высокочастотной индукционной печи или печи сопротивления в потоке кислорода и дальнейшем анализе методом инфракрасной спектроскопии образующихся газообразных соединений.

7.2 Выполнение измерения

Аналитическую пробу помещают в анализатор и равномерно распределяют. Массу аналитической пробы определяют в соответствии с руководством по эксплуатации применяемого анализатора.

Определение массовой доли общего углерода проводят в автоматическом режиме работы прибора.

Проведение испытания — в соответствии с руководством по эксплуатации применяемого анализатора.

Определение массовой доли общего углерода проводят последовательно на двух аналитических пробах. Если разность результатов измерений превышает заявленную погрешность измерений прибора, определение повторяют. При повторном превышении выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

За результат измерения принимают среднеарифметическое значение массовой доли общего углерода.

Обработку результатов измерений по разделу 8 не проводят.

8 Обработка результатов определений

8.1 Проверка приемлемости

Проверяют приемлемость результатов определений массовой доли общего углерода. Результат проверки считают удовлетворительным, если выполняется условие

$$|w_{C_1} - w_{C_2}| \le r, \qquad (2)$$

где w_{C_1}, w_{C_2} — значения массовой доли общего углерода, полученные в условиях повторяемости, %;

r — предел повторяемости (таблицы 1—2).

Таблица 1 — Нормы точности и нормативы контроля точности при определении массовой доли общего углерода кулонометрическим методом

В процентах

Массовая доля углерода	Нормы точности и нормативы контроля точности			
	$U(w)$	$R_л$	r	$K_Т$
От 0,03 до 0,05 включ.	0,006	0,008	0,006	0,004
Св. 0,05 » 0,10 »	0,010	0,013	0,011	0,007
» 0,10 » 0,20 »	0,015	0,019	0,015	0,010
» 0,20 » 0,50 »	0,024	0,031	0,025	0,016
» 0,50 » 1,0 »	0,03	0,04	0,04	0,02
» 1,0 » 2,0 »	0,05	0,06	0,05	0,03
» 2,0 » 5,0 »	0,08	0,09	0,08	0,05
» 5,0 » 10 »	0,13	0,15	0,13	0,07
» 10 » 20 »	0,20	0,25	0,20	0,15
» 20 » 40 »	0,36	0,45	0,40	0,24

Таблица 2 — Нормы точности и нормативы контроля точности при определении массовой доли общего углерода инфракрасно-абсорбционным методом

В процентах

Массовая доля углерода	Нормы точности и нормативы контроля точности			
	$U(w)$	$R_л$	r	$K_Т$
От 2,5 до 5,0 включ.	0,08	0,08	0,08	0,05
Св. 5,0 » 10 »	0,13	0,17	0,14	0,10
» 10 » 20 »	0,20	0,22	0,19	0,13

За результат определений массовой доли общего углерода принимают среднеарифметическое значение $\overline{w}_C$, полученное по двум последовательным определениям, удовлетворяющим требованию приемлемости.

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

Если результаты дополнительных определений не удовлетворяют требованиям приемлемости, то за результат определений принимают среднеарифметическое из четырех полученных значений при условии, что ряд последовательно полученных значений не возрастает или не убывает монотонно.

Примечание — Допускается проводить проверку приемлемости результатов в соответствии с документами, действующими на территории государства, применяющего стандарт[2)].

8.2 В документе о качестве результат определения массовой доли общего углерода приводят в сокращенном формате без указания расширенной неопределенности.

По требованию заказчика результат определения массовой доли общего углерода может быть приведен в полном формате

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

где $U(w_C)$ — расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k = 2$.

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

2) 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».

Примеры:
1 w_C ***= (0,100 ± 0,010) %;***
2 w_C ***= (1,00 ± 0,03) %.***

8.3 Контроль внутрилабораторной прецизионности

Рассчитывают расхождение результатов определений массовой доли общего углерода, полученное в условиях прецизионности. При этом расхождение между двумя средними результатами определений не должно превышать норматив контроля ($R_{л)}$

$$\left|\overline{w}_{C_1} - \overline{w}_{C_2}\right| \le R_л, \quad (4)$$

где $\overline{w}_{C_1}, \overline{w}_{C_2}$ — первое и второе значения массовой доли общего углерода, %.

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

8.4 Оперативный контроль точности

Контроль процедуры выполнения определений (контроль точности результатов измерений) проводят не реже одного раза в смену или одновременно с каждой партией рабочих проб. Для контроля точности результатов измерений применяют государственные стандартные образцы, стандартные образцы организации или смеси, аттестованные в установленном порядке. Если отклонение результата определения массовой доли общего углерода в образце для контроля w_C от аттестованного (расчетного) значения A_{CO} не превышает норматива контроля $K_т$ (таблицы 1—2)

$$|w_C - A_{CO}| \le K_т, \quad (5)$$

результаты контрольной процедуры признают удовлетворительными. При невыполнении условия (5) определение повторяют. При повторном невыполнении условия (5) определения прекращают до выявления и устранения причин, приводящих к неудовлетворительным результатам.

9 Протокол испытания

Результаты определений записывают в протокол, в котором указывают:
- обозначение настоящего стандарта;
- наименование организации, проводившей испытание;
- обозначение испытуемого огнеупора или огнеупорного сырья, марку, номер партии;
- дату проведения испытания;
- метод проведения испытаний;
- значение результата определения общего углерода;
- должность, фамилию, имя, отчество исполнителя;
- подпись исполнителя.

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

УДК 666.76:543.06:006.354 МКС 81.080

Ключевые слова: огнеупор, огнеупорное сырье, кулонометрический метод, инфракрасно-абсорбционный метод, экспресс-метод, массовая доля, общий углерод

Редактор *З.Н. Киселева*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 24.08.2021. Подписано в печать 30.08.2021. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

МКС 81.080

Поправка к ГОСТ 2642.15—2021 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения общего углерода

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие, пункт 4	с 1 ноября 2020 г.	с 1 ноября 2021 г.

(ИУС № 2 2022 г.)

Поправка к ГОСТ 2642.15—2021 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения общего углерода

Дата введения — 2021—09—06

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Таблица согласования	—	Киргизия | KG | Кыргызстандарт

(ИУС № 1 2022 г.)

Поправка к ГОСТ 2642.15—2021 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения общего углерода

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Туркмения	ТМ	Главгосслужба «Туркменстандартлары»

(ИУС № 9 2025 г.)

gost.e-ecolog.ru