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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 13997.0— 2024

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ ЦИРКОНИЙСОДЕРЖАЩИЕ

Общие требования к методам химического анализа

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

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 Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 9 «Огнеупоры»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 июня 2024 г. № 174-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
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узбекское агентство по техническому регулированию

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 августа 2024 г. № 1100-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 13997.0—2024 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 марта 2025 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 13997.0—84

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 «Институт стандартизации», 2024

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

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ ЦИРКОНИЙСОДЕРЖАЩИЕ

Общие требования к методам химического анализа

Zirconium containing refractory materials and products.
General requirements for methods of chemical analysis

Дата введения — 2025—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает общие требования к методам химического анализа огнеупорных цирконийсодержащих материалов и изделий: цирконовых концентратов, бадделеитовых порошков, огнеупорных материалов и изделий цирконистого типа, а также материалов и изделий из диоксида циркония, стабилизированных оксидами кальция, магния и иттрия, при массовой доле оксида циркония (IV) от 5 % до 99 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.234 Государственная система обеспечения единства измерений. Меры вместимости стеклянные. Методика поверки

ГОСТ 8.315 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

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

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

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

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

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

ГОСТ 6613 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 6709[1)] Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 24104 Весы лабораторные. Общие технические требования[2)]

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

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

Издание официальное

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

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

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

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.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 2642.0.

4 Требования безопасности

4.1 Помещения лабораторий в части обеспечения общеобменной и аварийной вентиляции, а также пожарной безопасности должны соответствовать требованиям нормативных правовых актов (технической документации), действующих(ей) на территории государств, проголосовавших за принятие настоящего стандарта.

4.2 Все операции, проводимые в процессе химического анализа с кислотами, щелочами, органическими растворителями, а также операции, связанные с выделением ядовитых паров или газов, следует выполнять в вытяжных шкафах или боксах.

4.3 Контроль содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны следует осуществлять в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.1.007 и нормативных документов государств, проголосовавших за принятие настоящего стандарта[1)].

4.4 Электротехнические контрольно-измерительные приборы и лабораторное оборудование, а также условия их эксплуатации должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.019.

4.5 При работе с электротермическим оборудованием необходимо соблюдать требования ГОСТ 12.2.007.9.

4.6 При проведении анализа следует применять индивидуальные средства защиты: спецодежду, перчатки и т. д., а также индивидуальные средства защиты глаз по ГОСТ 12.4.253.

4.7 Освещенность рабочих мест должна соответствовать требованиям документов, действующих на территории государств, применяющих настоящий стандарт[2)].

4.8 Утилизацию отработанных реактивов следует проводить в соответствии с нормативными документами, утвержденными в конкретной лаборатории.

[1)] В Российской Федерации действует СанПиН 1.2.3685-21 «Гигиенические нормативы и требования к обеспечению безопасности и (или) безвредности для человека факторов среды обитания».

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55710—2013 «Освещение рабочих мест внутри зданий. Нормы и методы измерений».

5 Отбор и подготовка проб

5.1 Лабораторная посуда и оборудование

Посуда лабораторная по ГОСТ 1770, ГОСТ 25336.

Тигли платиновые и чашки платиновые по ГОСТ 6563.

Оборудование для измельчения: ступки из карбида вольфрама или из оксида циркония (IV) по технической документации. Для определения массовой доли оксида циркония (IV) при подготовке пробы используют ступку из карбида вольфрама.

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

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданной температуры сушки 105 °С с пределами допустимого отклонения ±5 °С.

Сито с сеткой № 0063 по ГОСТ 6613.

Допускается применение другой посуды, поверенной по ГОСТ 8.234, и оборудования, удовлетворяющего установленным требованиям.

5.2 Отбор и подготовка проб

5.2.1 Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 2642.0 с дополнением по 5.2.1.1.

5.2.1.1 Измельчают пробу в ступке из карбида вольфрама или из оксида циркония (IV) до прохождения через сетку № 0063.

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

5.2.2 Измельченную пробу высушивают в течение 2 ч при температуре (105 ± 5) °С до постоянной массы, тщательно перемешивают.

Примечание — Массу считают постоянной, если разница результатов двух последовательных взвешиваний после контрольных высушиваний продолжительностью 30 мин не превышает 0,001 г.

Для определения массовой доли металлического железа и влаги лабораторную пробу не подвергают предварительной сушке.

5.2.3 Аналитическую пробу предварительно прокаливают до постоянной массы при температуре (1000 ± 50) °С, если в пробе содержатся органические вещества или свободный углерод, за исключением испытания по определению относительного изменения массы при прокаливании, где предварительное прокаливание не требуется.

6 Общие требования к приготовлению водных растворов и реактивов

6.1 При приготовлении водных растворов используют лабораторную посуду по ГОСТ 1770, ГОСТ 29227, ГОСТ 29251. Допускается применение другой посуды, поверенной по ГОСТ 8.234.

6.2 Для приготовления водных растворов при проведении анализов применяют дистиллированную воду по ГОСТ 6709, деионизированную воду или другую воду, предусмотренную в стандартах на конкретные методы анализа.

6.3 Степень чистоты реактивов — не ниже степени «ч. д. а.».

6.4 Для фильтрования применяют беззольные фильтры по технической документации.

6.5 Концентрацию растворов выражают в следующих единицах измерения:

- массовая концентрация — г/дм^3, г/см^3, мкг/см^3;
- молярная концентрация — моль/дм^3;
- массовая доля и объемная доля — %;
- плотность — г/см^3.

6.6 Если стандарт на метод анализа не содержит указания на концентрацию или степень разбавления кислоты или водного аммиака, это означает, что следует использовать концентрированную кислоту или концентрированный раствор водного аммиака.

6.7 В выражениях степени разбавления «разбавленная 1:1», «раствор 1:2» и т. д. первые цифры означают объемные части кислоты или какого-либо раствора, вторые — объемные части воды или растворителя, используемого для разбавления.

6.8 Массовое соотношение компонентов в смесях для сплавления указывают в порядке их перечисления.

6.9 Температуру воды (раствора) характеризуют терминами «горячая», «теплая» и «комнатной температуры». При недостаточности такой характеристики температуру воды (раствора) указывают в стандарте на метод анализа.

6.10 Массовую концентрацию стандартных растворов, применяемых для титрования, устанавливают на основании трех параллельных определений и вычисляют с точностью не менее чем до четвертой значащей цифры. Допускается устанавливать массовую концентрацию стандартных растворов по стандартным образцам.

7 Общие требования к проведению анализа

7.1 Массу анализируемой пробы или массу материала, используемого для приготовления стандартных растворов, взвешивают на весах по ГОСТ 24104 или ГОСТ OIML R 76-1, класс точности II с максимальной нагрузкой 200 г, или на других весах, отвечающих указанным требованиям по своим метрологическим характеристикам.

7.2 При фотометрических методах анализа толщину светопоглощающего слоя необходимо выбирать так, чтобы получать оптимальную абсорбцию света для раствора соответствующего окрашенного соединения с учетом типа применяемого прибора.

7.3 Градуировочный график строят в системе прямоугольных координат: по оси абсцисс откладывают значение концентрации или массы элемента в градуировочном растворе, по оси ординат — значение аналитического сигнала. Способ и условия построения градуировочного графика (число точек, необходимое для построения графика, и т. д.) указывают в стандарте на конкретный метод анализа. Допускается использовать метод сравнения аналитических сигналов раствора 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 измерительного прибора), используя для этого стандартные растворы.

7.4 При проведении анализов физико-химическими методами применяют фотоэлектроколориметры, фотометры (например, спектрофотометры, атомно-абсорбционные спектрофотометры). Нестандартизованные средства измерения должны быть аттестованы в установленном порядке.

7.5 При использовании инструментальных методов анализа выбирают оптимальные условия измерения аналитического сигнала, обеспечивающие необходимые чувствительность и точность в зависимости от применяемого метода, типа прибора, определяемого элемента и его массовой доли в анализируемой пробе.

7.6 При атомно-абсорбционном методе настройку параметров прибора (давление газов, положение горелки, режим питания источника излучения) выполняют в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

Реагенты, добавляемые при градуировке прибора в стандартные растворы для имитации состава анализируемых проб или используемые для устранения помех при анализе, должны иметь степень чистоты «ос. ч.» или «х. ч.».

7.7 При эксплуатации электронагревательного оборудования погрешность измерения температуры должна быть в пределах:

- ±5 °С — для диапазона температур от 100 °С до 400 °С;
- ±20 °С — для диапазона температур от 400 °С до 800 °С;
- ±50 °С — для диапазона температур от 800 °С до 1100 °С.

7.8 Температура воздуха в помещении, относительная влажность и барометрическое давление должны соответствовать нормам, установленным в нормативно-технической документации по эксплуатации приборов и оборудования.

8 Требования к проведению анализа и контролю качества результатов

8.1 Массовую долю каждого элемента определяют по двум аналитическим пробам с проведением контрольного опыта.

Примечание — Контрольный опыт проводят при наличии соответствующего требования в методике выполнения измерений.

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

Примечание — Контрольный опыт проводят при наличии соответствующего требования в методике выполнения измерений.

8.3 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.

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

8.5 При отсутствии стандартных образцов контроль осуществляют по стандартным растворам.

8.6 Проверка приемлемости результатов, обработка результатов измерений

Абсолютное расхождение полученных результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать предела повторяемости r, значение которого приведено в стандарте на конкретный метод анализа. При соблюдении данного требования оба определения признают приемлемыми и в качестве окончательного результата принимают их среднее арифметическое значение.

Если абсолютное расхождение между результатами превышает значение r, процедуру анализа повторяют.

Допускается использовать методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата в соответствии с нормативной документацией на методы определения.

8.7 Оперативный контроль процедуры выполнения измерений

С целью контроля точности измерений не реже одного раза в смену или одновременно с каждой партией рабочих проб проводят анализ стандартных образцов, соответствующих требованиям ГОСТ 8.315, химический состав которых не должен отличаться от состава аналитической пробы настолько, чтобы потребовалось изменить методику проведения анализа.

При отсутствии стандартного образца контроль правильности результата анализа осуществляют, применяя метод добавок.

Результаты контрольной процедуры признают удовлетворительными, если отклонение результата измерения содержания компонента в образце для контроля от аттестованного значения не превышает норматив контроля точности $K_Т$, значение которого приведено в методике определения, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

При неудовлетворительном результате анализ повторяют. При повторном получении неудовлетворительных результатов прекращают измерения до выявления и устранения причин.

8.8 Представление результатов измерений

Результаты измерений оформляют протоколом в соответствии с ГОСТ ISO/IEC 17025 или правилами, действующими в конкретной лаборатории.

Результат определения $\overline{X}$ может быть приведен в полном формате:

$$\overline{X} \pm U(X),$$

где $U(X)$ — расширенная неопределенность при коэффициенте охвата k, равном 2.

Примечание — Числовое значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение показателя точности, указанное в методике определения.

8.9 Контроль внутрилабораторной прецизионности

Норматив контроля внутрилабораторной прецизионности двух средних результатов анализа не должен превышать (при доверительной вероятности $P = 0,95$) значения $R_Д$, приведенного в соответствующем стандарте на методы анализа.

УДК 666.764.23:543.06:006.354 МКС 81.080

Ключевые слова: материалы и изделия огнеупорные цирконийсодержащие, методы химического анализа, реактивы, лабораторная посуда

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 23.08.2024. Подписано в печать 27.08.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru