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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
2642.13—
2018**

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ

Метод определения оксида бора

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «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 28 сентября 2018 г. № 112-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	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 ноября 2018 г. № 981-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 2642.13—2018 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 апреля 2019 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 2642.13—86

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «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.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2018

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 Фотометрический метод определения оксида бора (при массовой доле от 0,01 % до 0,4 %) 2
6 Обработка результатов определений 4
7 Протокол испытания 6

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

Метод определения оксида бора

Refractory and refractory raw materials. Method for determination of boron oxide

Дата введения — 2019—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на магнезиальное огнеупорное сырье и огнеупоры и устанавливает фотометрический метод количественного определения оксида бора при массовой доле от 0,01 % до 0,4 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.4.253—2013 (EN 166:2002) Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты глаз. Общие технические требования

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2642.0—2014 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 6419—78 Реактивы. Магний углекислый основной водный. Технические условия

ГОСТ 6563—2016 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9656—75 Реактивы. Кислота борная. Технические условия

ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 24104—2001[1)] Весы лабораторные. Общие технические требования

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

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 ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт 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

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 2642.0.

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 Фотометрический метод определения оксида бора (при массовой доле от 0,01 % до 0,4 %)

5.1 Сущность метода

Метод основан на измерении оптической плотности окраски комплексного соединения бора с 1,1-диантримидом, образующегося в концентрированной серной кислоте, на фотоколориметре или спектрофотометре в области светопропускания (620—640) нм или с помощью красного светофильтра. Комплексное соединение бора с 1,1-диантримидом образуется в концентрированной серной кислоте.

5.2 Аппаратура, реактивы, растворы и вспомогательные устройства

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая поддержание температуры нагрева 1100 °С с пределами допустимого отклонения ±50 °С.

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

Электроплитка закрытого типа по технической документации.

Водяная баня.

Колориметр фотоэлектрический лабораторный или спектрофотометр.

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

Тигли платиновые № 100 — 7 по ГОСТ 6563.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770.

Посуда из кварцевого стекла по ГОСТ 19908.

Полиэтиленовый сосуд по технической документации.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:3.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1.

Магний углекислый основной по ГОСТ 6419.

Индикатор 1,1´-диантримид по технической документации, раствор с массовой долей 1 % в концентрированной серной кислоте, свежеприготовленный.

Фильтр «белая лента» по технической документации.

5.2.1 Приготовление стандартных растворов

Оксид бора получают обезвоживанием борной кислоты в платиновой чашке при температуре (400 ± 20) °С в муфельной печи. Спокойная поверхность расплава свидетельствует о полном удалении воды. Затем касаются дном чашки поверхности холодной воды, застывший расплав растрескивается, его переносят в бюксу и хранят в эксикаторе.

Стандартный раствор с массовой концентрацией оксида бора 0,002 г/см^3 (раствор А): 0,5 г оксида бора растворяют в 70—80 см^3 дистиллированной воды, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом или кварцевом сосуде.

Градуировочный раствор с массовой концентрацией оксида бора 0,0002 г/см^3 (раствор Б): 10 см^3 стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор для проведения оперативного контроля точности измерений с массовой концентрацией оксида бора 0,001 г/см^3 (раствор В): 0,25 г оксида бора растворяют в 70—80 см^3 дистиллированной

воды, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом или кварцевом сосуде.

5.2.2 Построение градуировочного графика

В семь конических колб из кварцевого стекла помещают аналитические пробы массой по 0,5 г основного углекислого магния, предварительно прокаленного в течение 2 ч в муфельной печи при температуре 1000 °С, в каждую приливают по 10 см^3 соляной кислоты, закрывают пробкой с воздушным холодильником и нагревают до растворения осадка (проб). Конические колбы с растворами охлаждают, растворы переносят в мерные колбы вместимостью 100 см^3, доводят объемы растворов до метки дистиллированной водой, перемешивают и фильтруют через сухой складчатый фильтр средней плотности.

Если используют серную кислоту с плотностью менее 1,825 г/см^3, то к растворам проб после разложения добавляют по 25 см^3 раствора серной кислоты (1:1), охлаждают и переносят в мерные колбы вместимостью по 100 см^3. Добавляют в колбы соответственно 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 8,0 и 12,0 см^3 градуировочного раствора оксида бора (раствор Б), что соответствует 0,0001; 0,0002; 0,0004; 0,0008; 0,0016 и 0,0024 г оксида бора. В седьмую колбу не добавляют оксид бора. В колбах доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают. Аликвотную часть каждого раствора 2 см^3 переносят в мерные колбы вместимостью 25 см^3 с притертыми пробками, приливают с помощью пипетки или бюретки по 5 см^3 раствора 1,1′-диантримида, доливают объем раствора до метки серной кислотой плотностью 1,825 г/см^3, перемешивают и нагревают на кипящей водяной бане в течение 1 часа.

После охлаждения измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром (область светопропускания 620—640 нм) в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм или спектрофотометре.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, который проводят параллельно через все стадии анализа с теми же реактивами.

По измеренным значениям оптической плотности и соответствующим им массам оксида бора в г/100 см^3 строят градуировочный график.

5.2.2.1 Градуировочную характеристику представляют в виде линейного уравнения или графика.

Градуировочная характеристика в виде линейного уравнения.

На основе полученных данных строят градуировочную характеристику по уравнению

$$\overline{D} = A + B \cdot m, \quad (1)$$

где $\overline{D}$ — среднее значение результатов двух измерений оптической плотности градуировочного раствора, Б;

m — масса оксида бора, г;

A и B — коэффициенты, определяемые методом наименьших квадратов по формулам:

$$A = \frac{\sum m_i^2 \sum \overline{D}_i - \sum m_i \sum m_i \overline{D}_i}{n \sum m_i^2 - (\sum m_i)^2}; \quad (2)$$

$$B = \frac{n \sum m_i \overline{D}_i - \sum m_i \sum \overline{D}_i}{n \sum m_i^2 - (\sum m_i)^2}, \quad (3)$$

где $\overline{D}_i$ — оптическая плотность i-го градуировочного раствора (среднеарифметическое значение по двум измерениям), Б;

m_i — масса оксида бора в i-м градуировочном растворе, г;

i — номер градуировочного раствора;

n — количество градуировочных растворов.

Градуировочная характеристика в виде графика.

На основании полученных данных строят градуировочный график в координатах: оптическая плотность (D_i) — масса оксида бора (m_i). Указывают масштаб графика.

5.2.3 Проверка приемлемости градуировочной характеристики

Градуировочная характеристика считается приемлемой, если для каждого стандартного раствора отклонение среднего значения оптической плотности от градуировочной характеристики не превышает 5 %.

5.3 Проверка приемлемости аналитических сигналов фотоэлектроколориметра и спектрофотометра

При построении градуировочного графика, периодическом контроле стабильности градуировочной характеристики, а также при выполнении анализов выполняют проверку приемлемости аналитических сигналов фотоэлектроколориметра и спектрофотометра, полученных в условиях повторяемости.

Результат проверки признается приемлемым при выполнении условия

$$\frac{|D_{i1} - D_{i2}|}{\overline{D}_i} 100 \le K_ф, \quad (4)$$

где D_{i1} и D_{i2} — значения оптической плотности, полученные для i-го градуировочного раствора при двух измерениях, Б;

$\overline{D}_i$ — среднее значение результатов двух измерений оптической плотности i-го градуировочного раствора, Б;

$K_ф$ — норматив (допускаемое расхождение результатов измерений оптической плотности раствора), при вероятности 0,95, %;

$K_ф$ = 5 %.

5.4 Проведение анализа

5.4.1 Аналитическую пробу массой 0,5 г (магнезит и брусит предварительно прокаливают при 1100 °С в течение 1 ч) помещают в коническую колбу из кварцевого стекла, приливают 10 см^3 соляной кислоты, закрывают пробкой с воздушным холодильником и нагревают на электроплитке при слабом нагреве до разложения пробы. Обмывают воздушный холодильник. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, охлаждают, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, перемешивают и фильтруют через сухой складчатый фильтр средней плотности.

Если используют серную кислоту с плотностью менее 1,825 г/см^3, то к растворам проб после разложения добавляют по 25 см^3 раствора серной кислоты 1:1, охлаждают и переносят в мерные колбы вместимостью по 100 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, перемешивают и фильтруют через фильтр «белая лента». Отбросив первые две порции фильтрата, отбирают аликвотную часть раствора 2 см^3, переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3 с притертыми пробками, приливают с помощью пипетки или бюретки 5 см^3 раствора 1,1′-диантримида, доливают до метки серной кислотой плотностью 1,825 г/см^3, перемешивают и нагревают на кипящей водяной бане в течение 1 ч. После охлаждения измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром (область светопропускания 620—640 нм) в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм или спектрофотометре. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду.

Массу оксида бора в граммах находят по градуировочному графику.

5.5 Обработка результатов

5.5.1 Массовую долю оксида бора $w_{B_2O_3}$, %, вычисляют по формуле

$$w_{B_2O_3} = \frac{m}{m_1} 100, \quad (5)$$

где m — масса оксида бора, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса аналитической пробы, г.

5.5.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли оксида бора приведены в разделе 6 (таблица 1).

6 Обработка результатов определений

6.1 Проверка приемлемости

Проверяют приемлемость результатов определений массовой доли оксида бора. Результат проверки считают удовлетворительным, если выполняется условие

$$|w_{B_2O_{3_1}} - w_{B_2O_{3_2}}| \le r, \quad (6)$$

где $w_{B_2O_3 1}$, $w_{B_2O_3 2}$ — значения массовой доли оксида бора, полученные в условиях повторяемости опыта, %;

r — предел повторяемости (см. таблицу 1).

За результат определений массовой доли оксида бора принимают среднеарифметическое значение $\bar{w}_{B_2O_3}$, полученное по двум последовательным определениям, удовлетворяющим требованию приемлемости.

Если условие (6) 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 значение из четырех полученных значений при условии, что ряд последовательно полученных значений не возрастает или не убывает монотонно.

Примечание — Допускается проводить проверку приемлемости результатов по нормативным документам государств, проголосовавших за принятие настоящего стандарта[1)].

6.2 В документе о качестве результат определения массовой доли оксида бора приводят в сокращенном формате без указания расширенной неопределенности.

По требованию заказчика результат определения массовой доли оксида бора может быть приведен в полном формате.

$$\left[w_{B_2O_3} \pm U(w_{B_2O_3})\right], \tag{7}$$

где $U(w_{B_2O_3})$ — расширенная неопределенность при коэффициенте охвата k = 2.

Результат округляют до того же десятичного знака, которым заканчивается округленное значение расширенной неопределенности $U(w_{B_2O_3})$.

Примеры

1 $w_{B_2O_3}$ ***= (0,103 ± 0,021) %;***

2 $w_{B_2O_3}$ ***= (10,1 ± 1,3) %.***

6.3 Контроль внутрилабораторной прецизионности

Рассчитывают расхождение результатов определений массовой доли оксида бора, полученное в условиях прецизионности. При этом расхождение между двумя средними результатами определений, не должно превышать норматив контроля ($R_л$) (таблица 1).

$$|\bar{w}_{B_2O_3 1} - \bar{w}_{B_2O_3 2}| \le R_л, \tag{8}$$

где $\bar{w}_{B_2O_3 1}$, $\bar{w}_{B_2O_3 2}$ — первое и второе значения массовой доли оксида бора, %.

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

6.4 Оперативный контроль точности

Контроль выполнения процедуры 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 предприятия или смеси, аттестованные в установленном порядке. Если отклонение результата определения массовой доли оксида бора в образце для контроля $\bar{w}_{B_2O_3}$, от аттестованного (расчетного) значения A_{co} не превышает норматива контроля K_T (таблица 1),

$$|\bar{w}_{B_2O_3} - A_{co}| \le K_{T,} \tag{9}$$

результаты контрольной процедуры признают удовлетворительными. При невыполнении условия (9) определение повторяют. При повторном невыполнении условия (9) определения прекращают до выявления и устранения причин, приводящих к неудовлетворительным результатам.

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

Таблица 1

В процентах

Массовая доля оксида бора, %	Нормы точности и нормативы контроля точности			
	U(w)	$R_Л$	r	$K_Т$
От 0,01 до 0,02 включ.	0,008	0,010	0,008	0,005
Св. 0,02 до 0,05 включ.	0,010	0,012	0,010	0,006
Св. 0,05 до 0,1 включ.	0,019	0,024	0,020	0,012
Св. 0,1 до 0,2 включ.	0,04	0,05	0,04	0,02
Св. 0,2 до 0,4 включ.	0,07	0,08	0,07	0,04

7 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;
- наименование предприятия-изготовителя;
- дату проведения испытания;
- метод определения оксида бора;
- значение результата определения оксида бора;
- должность, фамилию, имя, отчество исполнителя;
- подпись исполнителя.

Примечание — Допускается проводить оформление результатов измерений в соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 17025, либо с правилами, действующими на конкретном предприятии.

УДК 666.76:543.06:006.354 МКС 81.080

Ключевые слова: огнеупоры, огнеупорное сырье, оксид бора, фотометрический метод

БЗ 7—2018/86

Редактор *В.Н. Шмельков*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 12.11.2018. Подписано в печать 05.12.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» 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