МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 2642.0— 2014

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ

Общие требования к методам анализа

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, применения, обновления и отмены».

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН 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 № 46-2014 от 5 декабря 2014 г.).

За принятие стандарта проголосовали

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31 марта 2015 г. № 206-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 2642.0–2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 01 января 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 2642.0–86

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

© Стандартинформ, 2015

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

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ

Общие требования к методам анализа

Refractories and refractory raw materials. General requirements for methods of analysis

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на огнеупорное сырье – глины, каолины, кварциты, кварцевые пески, доломиты, магнезиты, талькомагнезиты, дуниты, оливиниты, серпентиниты, огнеупорные неформованные материалы и изделия и устанавливает общие требования к методам химического и физико-химического анализа.

Настоящий стандарт не распространяется на анализ электротехнического периклаза, бадделеитокорундовых и карбидкремниевых огнеупоров.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.234–77 Государственная система обеспечения единства измерений. Меры вместимости стеклянные. Методы и средства поверки

ГОСТ 8.315–97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 12.1.004–91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005–88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007–76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019-79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты[1)]

ГОСТ 12.2.007.9–93 (МЭК 519-1–84) Безопасность электротермического оборудования. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 12.4.021–75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляции. Общие требования

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

ГОСТ 6563–75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

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

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147–80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 24104–2001 Весы лабораторные. Общие технические требования[2)]

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

ГОСТ 28874–2004 Огнеупоры. Классификация

ГОСТ 29169–91 (ИСО 648–77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

[1)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019-2009 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты»

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

Издание официальное

ГОСТ 29251–91(ИСО 385-1–84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ Р 55710-2013 Освещение рабочих мест внутри зданий. Нормы и методы измерений

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

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.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте использованы термины по ГОСТ 28874, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **вода (раствор) комнатной температуры:** Вода (раствор) с температурой в интервале (15– 25) °С.

3.2 **теплая вода (раствор):** Вода (раствор) с температурой в интервале (40 – 65) °С.

3.3 **горячая вода (раствор):** Вода (раствор) с температурой выше 65 °С.

3.4 **лабораторная проба:** Количество материала, отобранное от исходной пробы, предназначенное для лабораторных испытаний и подготовки аналитической пробы.

3.5 **аналитическая проба:** Часть материала, отобранная от лабораторной пробы для проведения конкретного химического анализа.

3.6 **точность:** Степень близости результата измерений к принятому опорному значению.

3.7 **прецизионность:** Степень близости друг к другу независимых результатов измерений, полученных в конкретных регламентированных условиях.

3.7.1 **внутрилабораторная прецизионность:** Прецизионность, полученная в условиях одной лаборатории.

3.8 **повторяемость:** Прецизионность в условиях повторяемости.

3.9 **условия повторяемости:** Условия, при которых независимые результаты измерений или испытаний получаются одним и тем же методом на идентичных объектах испытаний, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, с использованием одного и того же оборудования, в пределах короткого промежутка времени.

3.10 **предел повторяемости (сходимости), (*r*):** Значение, которое с доверительной вероятностью 95 % не превышается абсолютной величиной разности между результатами двух измерений (или испытаний), полученными в условиях повторяемости (сходимости).

3.11 **воспроизводимость**: Прецизионность в условиях воспроизводимости.

3.12 **условия воспроизводимости**: Условия, при которых результаты измерений или испытаний получают одним и тем же методом, на идентичных объектах испытаний, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием различного оборудования.

3.13 **предел воспроизводимости, (*R*)**: Значение, которое с доверительной вероятностью 95 % не превышается абсолютной величиной разности между результатами двух измерений или испытаний, полученными в условиях воспроизводимости.

3.14 **суммарная стандартная неопределенность:** Стандартная неопределенность результата измерения, когда результат получают из значений ряда других величин, равная положительному квадратному корню суммы членов, причем члены являются дисперсиями или ковариациями этих других величин, взвешенными в соответствии с тем, как результат измерения изменяется в зависимости от изменения этих величин.

3.15 **расширенная неопределенность:** Величина, определяющая интервал вокруг результата измерения, в пределах которого можно ожидать, находится большая часть распределения значений, которые с достаточным основанием могли быть приписаны измеряемой величине.

3.16 **коэффициент охвата, (*k*):** Числовой коэффициент, используемый как множитель суммарной стандартной неопределенности для получения расширенной неопределенности.

Примечание – Для практических целей, как правило, выбирают k=2, что соответствует доверительной вероятности 0,95.

4 Требования безопасности

4.1 Помещения лаборатории должны быть оборудованы общеобменной приточно-вытяжной вентиляцией согласно ГОСТ 12.4.021.

4.2 Проведение анализа (растворение в кислотах, щелочах и пр.) и все операции химического анализа, 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.

4.4 Помещения лаборатории должны соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004.

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

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

4.7 При проведении анализов должны применяться индивидуальные средства защиты: спецодежда, перчатки и т.д.

4.8 Освещенность рабочих мест должна соответствовать требованиям ГОСТ Р 55710-2013.

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

5 Отбор и подготовка проб

5.1 Лабораторная посуда и оборудование

5.1.1 Лабораторная посуда по ГОСТ 25336, ГОСТ 9147, ГОСТ 6563, ГОСТ 29169 и ГОСТ 29251.

5.1.2 Оборудование для истирания: ступки ручные или механические, стальные или неметаллические.

5.1.3 Весы по ГОСТ 24104, класс точности II.

5.1.4 Эксикатор по ГОСТ 25336, в качестве осушающего агента применяют плавленый хлористый кальций или силикагель, окрашенный солями кобальта.

5.1.5 Сушильный шкаф, обеспечивающий нагрев до температуры 110 °С, с автоматическим поддержанием заданной температуры.

5.1.6 Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая поддержание температуры нагрева 1000 °С с пределами допустимого отклонения ± 50 °С.

5.1.7 Допускается применение другой мерной посуды, поверенной по ГОСТ 8.234 и оборудования, прошедшего процедуру признания пригодности в соответствии с порядком, принятым на территории конкретного государства.

5.2 Отбор проб

Отбор проб производят по нормативно-технической документации на конкретную продукцию.

5.3 Подготовка проб

5.3.1 Для химического анализа отбирают пробу материала массой не менее 200 г с размером частиц не более 2 мм, перемешивают и последовательно сокращают квартованием до массы не менее 20 г. Если в процессе подготовки проба была загрязнена металлическими частицами, их удаляют магнитом. Обработка магнитом не допускается, если проба содержит магнитные минералы.

Полученную лабораторную пробу измельчают до полного прохождения через сетку № 0063 по ГОСТ 6613 в ступках по 5.1.2, исключающих загрязнение пробы.

При измельчении высокоглиноземистых и корундовых материалов используют корундовые ступки или оборудование для истирания с размольной гарнитурой из корунда или карбида вольфрама.

5.3.2 Лабораторную пробу материала перед взятием аналитической пробы сушат при температуре (105 – 110) °С до постоянной массы. Масса считается постоянной, если разница результатов двух последовательных взвешиваний после сушки в течение 30 мин не превышает 0,001 г.

При определении относительной массовой доли влаги лабораторная проба не подвергается сушке.

5.3.3 Аналитическую пробу предварительно прокаливают до постоянной массы при температуре (1000 ± 50) °С, если в пробе содержатся органические вещества или свободный углерод.

6 Общие требования к приготовлению водных растворов

6.1 Водные растворы приготавливают с использованием лабораторной посуды по ГОСТ 1770, ГОСТ 25336. Допускается применение другой посуды, поверенной по ГОСТ 8.234.

6.2 Водные растворы для проведения анализов приготавливают с применением дистиллированной воды по ГОСТ 6709 или деионизированной воды.

6.3 Температуру воды (раствора) характеризуют терминами «горячая», «теплая» или «комнатная». При недостаточности такой характеристики температуры воды (раствора) в стандарте на метод анализа указывают ее требуемое значение или диапазон значений.

6.4 Применяемые реактивы должны иметь степень чистоты не ниже «ч.д.а.». Стандартные растворы приготавливают из реактивов квалификации не ниже «х.ч.» или из металлов с массовой долей основного вещества не менее 99,9 %. При необходимости, в соответствующих стандартах на методы анализа, устанавливают другие требования к реактивам и стандартным растворам.

6.5 Концентрацию растворов выражают:

- массовую концентрацию – в граммах на кубический сантиметр (г/см^3);
- молярную концентрацию и молярную концентрацию эквивалента – в моль на кубический дециметр (моль/дм^3);
- массовую долю и объемную долю – в процентах (%).

Плотность растворов выражают в граммах на кубический сантиметр (г/см^3).

6.6 Если в стандарте на метод анализа не содержится указания на концентрацию или разбавление кислоты или водного раствора аммиака, то это – концентрированная кислота или концентрированный раствор водного аммиака.

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

При доведении раствора в измерительной посуде до метки, его температура должна быть комнатной.

6.8 Расчет массовой концентрации стандартных растворов проводят до четвертого десятичного знака, а соотношение между растворами до третьего десятичного знака на основании трех параллельных определений.

Допускается устанавливать массовую концентрацию стандартных растворов по стандартным образцам.

7 Общие требования к проведению анализа

7.1 Взвешивание аналитической пробы, материалов для приготовления стандартных растворов и осадков проводят на весах класса точности II по ГОСТ 24104 или на других весах, отвечающих указанным требованиям по своим метрологическим характеристикам.

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

7.3 При использовании инструментальных методов анализа выбирают оптимальные условия измерений аналитического сигнала, обеспечивающие необходимую чувствительность и точность в зависимости от применяемого метода, типа прибора, определяемого элемента и уровня массовой доли его содержания в аналитической пробе.

При применении фотометрических методов анализа, кюветы выбирают с такой толщиной поглощающего слоя, при которой измерения проводятся в оптимальной области оптической плотности.

7.3.1 При атомно-абсорбционном методе настройку приборов по параметрам: давление газов, положение горелки, режим питания источника излучения- выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации прибора.

Реагенты, добавляемые в стандартные растворы при градуировке прибора для имитации состава аналитических проб или используемые для устранения помех при анализе, должны иметь квалификацию (ос.ч.) или (х.ч).

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

± 5 °С для диапазона температуры от 100 °С до 400 °С;

± 20 °С для диапазона температуры от 400 °С до 800 °С;

± 50 °С для диапазона температуры от 800 °С до 1100 °С.

7.5 Градуировочные графики строят в прямоугольных координатах: по оси абсцисс откладывают числовое значение содержания определяемого компонента в образце или его массы, по оси ординат величину аналитического сигнала (оптическую плотность раствора, силу тока и др.).

Для построения градуировочного графика требуется не менее пяти точек, равномерно распределенных по диапазону измерений, каждую точку устанавливают по среднеарифметическому значению результатов трех параллельных определений. Первая и последняя точки градуировочного графика должны соответствовать пределам диапазона содержания определяемого компонента.

Растворы для построения градуировочного графика подготавливают параллельно с подготовкой аналитической пробы.

Дополнительные указания по условиям построения градуировочного графика приводят в конкретных стандартах на методы анализа.

Проверку градуировочных графиков проводят периодически (не реже одного раза в квартал, а также после ремонта средства измерений) по стандартным растворам.

Допускается использовать метод сравнения аналитических сигналов пробы и стандартного раствора определяемого элемента или раствора стандартного образца.

7.6 Температура воздуха в помещении, относительная влажность и барометрическое давление должны находиться в пределах, установленных для них в нормативно-технической документации по эксплуатации приборов и оборудования.

8 Требования к проведению анализа и контролю качества результатов

8.1 Определения проводят параллельно по двум аналитическим пробам, если другое не предусмотрено методикой.

8.2. 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 приводится в методике определения.

В таком случае 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.

8.3 Оперативный контроль процедуры выполнения измерений

С целью контроля точности измерений не реже одного раза в смену или одновременно с каждой партией рабочих проб проводится анализ с использованием стандартных образцов по 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 методом добавок или анализом синтетических смесей.

Результаты контрольной процедуры признают удовлетворительными, если отклонение результата измерения содержания компонента в образце для контроля от аттестованного значения не превышает норматив контроля $K_т$, значение которого приведено в методике определения, при доверительной вероятности P=0,90.

При невыполнении этого условия измерения повторяют. При повторном невыполнении – измерения прекращают до выявления и устранения причин, приводящих к неудовлетворительным результатам.

8.4 Представление результатов измерений

Результаты измерений оформляют протоколом или записью в журнале. Форма протокола и

журнала устанавливается руководителем лаборатории (руководителем предприятия). Протокол или запись в журнале удостоверяет лицо, проводившее измерения.

Совместно с результатом измерений ($\overline{X}$) указывают доверительные границы его погрешности ±Δ и представляют в виде:

$$\overline{X} \pm \Delta, \; P=0,95$$

Примечание:

1 Протокол испытаний оформляют в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО/МЭК 17025.

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

3 Величина Δ соответствует расширенной неопределённости U с коэффициентом охвата k=2, указанной в методике определения.

4 В случае, когда за окончательный результат измерений принимают медиану, результат измерений представляют без указания границ интервала погрешности.

8.5 Контроль внутрилабораторной прецизионности

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

УДК 666.76:543.06:006.354 МКС 81.080 И 29

Ключевые слова: огнеупоры, методы анализа, реактивы, лабораторная посуда, температура, расширенная неопределенность.

Подписано в печать 07.04.2015. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 0,93. Тираж 31 экз. Зак. 1187.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru