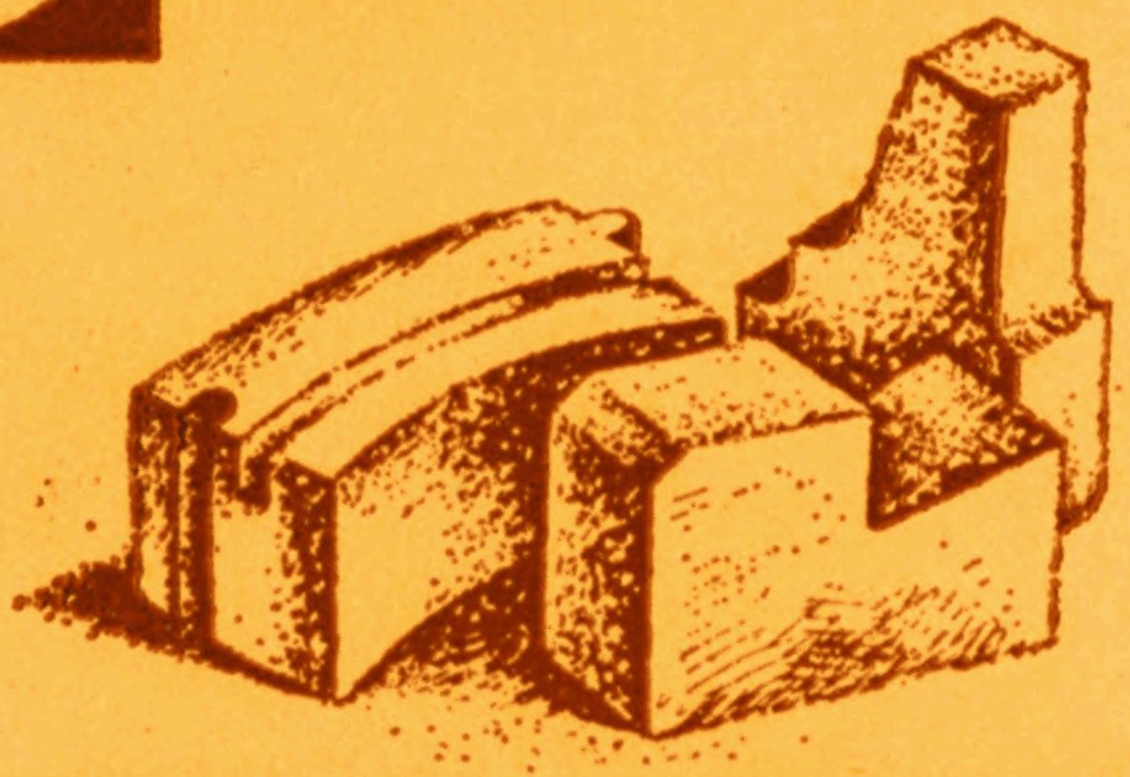
ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СБОРНИК



ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНЫЕ ИЗДЕЛИЯ

ЧАСТЬ 1

gost.e-ecolog.ru



ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ОГНЕУПОРЫ
И ОГНЕУПОРНЫЕ ИЗДЕЛИЯ

Часть I

Издание официальное

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва — 1987

УДК 666.884

ОТ ИЗДАТЕЛЬСТВА

Сборник «Огнеупоры и огнеупорные изделия» часть I содержит стандарты, утвержденные до 1 октября 1987 г.

В стандарты внесены все изменения, принятые до указанного срока. Около номера стандарта, в который внесено изменение, стоит знак *.

Текущая информация о вновь утвержденных и пересмотренных стандартах, а также о принятых к ним изменениях публикуется в выпускаемом ежемесячно информационном указателе «Государственные стандарты СССР».

0 $\frac{31011}{085(02)87}$ 87

© Издательство стандартов, 1987

Группа И21

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

БРУСЬЯ ИЗ НЕПРОЗРАЧНОГО ПЛАВЛЕНОГО КВАРЦЕВОГО СТЕКЛА

Технические условия

Rods of opaque quartz glass.
Specifications

ГОСТ 9800—84

Взамен ГОСТ 9800—79

ОКП 59 3118

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 18 декабря 1984 г. № 4501 срок действия установлен

с 01.07.85
до 01.07.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на брусья из непрозрачного плавленого кварцевого стекла, предназначенные для кладки стекловаренных печей и оборудования.

Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для высшей и первой категорий качества.

Планы контроля брусьев устанавливают в соответствии с ГОСТ 18242—72.

Правила отбора единиц продукции в выборку осуществляют по ГОСТ 18321—73.

1. ФОРМА И РАЗМЕРЫ

1.1. Форма и размеры брусьев должны соответствовать указанным на чертеже и в табл. 1.

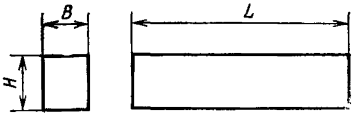


Таблица 1

мм

Длина L		Ширина H		Толщина B	
Номин.	Пред. откл.	Номин.	Пред. откл.	Номин.	Пред. откл.
300	±3	250	±10	150, 160	±5
400 500	±4			170, 180, 190	
600 700 800 900 1000	±5				

Примечание. По согласованию изготовителя с потребителем допускается выпуск брусьев других размеров и специальной конфигурации.

Рекомендуемые размеры по клиновому брусу приведены в справочном приложении 1.

Примеры условных обозначений

Брус кварцевый непрозрачный прямоугольной формы толщиной 160 мм, шириной 250 мм, длиной 800 мм:

Брус КНП 160×250×800 ГОСТ 9800—84

То же, клиновой, толщиной 160 мм, шириной 250 мм, длиной 800 мм, с углом клина 30°:

Брус КНК 160×250×800—30 ГОСТ 9800—84

2. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

2.1. Брусья из непрозрачного кварцевого стекла должны изготовляться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по рабочим чертежам, утвержденным в установленном порядке в соответствии с ГОСТ 2.109—73 (с указанием шовной грани). Исходным сырьем являются кварцевые пески по ГОСТ 22551—77, высшего и 1-го сортов, марки ООВС-010-В или ООВС-015—1, или ОВС-020-В, или ОВС-025—1.

2.2. Разница по ширине (H) брусьев в партии не должна превышать 10 мм.

2.3. Брусья должны иметь равномерную толщину.

Разнотолщинность каждого бруса не должна превышать 2 мм.

2.4. По показателям конструктивности брусья должны соответствовать требованиям табл. 2.

Таблица 2

Наименование показателя конструктивности	Норма на изделие
1. Отклонение от прямых углов и углов заданной клиновидности брусьев, град., не более:	
для брусьев длиной до 400 мм включ.	1
для брусьев длиной св. 400 мм	2
2. Допуск прямолинейности бруса (по длине), мм, не более:	
для брусьев длиной до 400 мм включ.	2
для брусьев длиной св. 400 мм	3
3. Отбитость углов и сколы на ребрах шовной грани глубиной, мм, не более:	15
в количестве, шт., не более	4 (на одну шовную грань)
4. Выколки на торцовых гранях глубиной, мм, не более:	5
в количестве, шт., не более	4
5. Выколки на боковых гранях, трещины и неплотно заваренные швы шириной более 1 мм, включение графита, металлические включения, непроплав (ГОСТ 16548—80) на торцовых поверхностях бруса	Не допускаются

Примечание. Шовная грань — поверхность бруса, которая образует шов в кладке печи.

2.5. Химический состав стекла брусьев должен соответствовать табл. 3.

Таблица 3

%

Химический состав стекла брусьев	Высшая категория качества	1-я категория качества
1. Массовая доля SiO_2, не менее	99,65	99,3
2. Массовая доля не более:		
Al_2O_3	0,35	0,6
Fe_2O_3	0,025	0,025
CaO	0,10	0,10
MgO	0,06	0,06
3. Массовая доля суммы щелочных элементов (R_2O), не более	0,02	0,02

2.6. Плотность стеклобруса должна быть не менее $2{,}1 \cdot 10^3$ кг/м^3.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Изделия принимают партиями. Партия должна состоять из брусьев, изготовленных по одной технологии и оформленных одним документом о качестве, содержащим:

товарный знак или наименование предприятия-изготовителя и товарный знак;

условное обозначение брусьев;

количество брусьев в партии;

массу брусьев в партии;

результаты испытаний;

фамилию упаковщика;

дату отгрузки;

штамп технического контроля.

Размер партии определяется по согласованию изготовителя с потребителем.

3.2. Для проверки соответствия брусьев требованиям настоящего стандарта проводят приемо-сдаточные и периодические испытания.

3.3. Приемо-сдаточным испытаниям подвергают брусья по пп. 1.1—2.4 в соответствии с табл. 4.

Таблица 4

Размер партии, шт.	Ступени контроля	Объем одной выборки, шт.	Объем двух выборок, шт.	Приемочное число	Браковочное число
9—15	Первая Вторая	2 2	4	0 1	2 2
16—25	Первая Вторая	3 3	6	0 1	2 2
26—50	Первая Вторая	5 5	10	0 3	3 4
51—90	Первая Вторая	8 8	16	1 4	4 5
91—150	Первая Вторая	13 13	26	2 6	5 7
151—280	Первая Вторая	20 20	40	3 8	7 9
281—500	Первая Вторая	32 32	64	5 12	9 13

Партия считается годной при двухступенчатом контроле, если количество дефектных изделий в первой выборке меньше или равно приемочному числу.

Партия бракуется, если количество дефектных изделий равно или более браковочного числа.

Если количество дефектных изделий в первой выборке больше приемочного, но меньше браковочного числа, отбирают вторую выборку.

Количество дефектных изделий при первой и второй выборках складывают, их сумма не должна превышать приемочного числа для обеих выборок.

В случае необходимости переход с нормального контроля на усиленный или ослабленный проводится в соответствии с ГОСТ 18242—72.

3.4. Периодические испытания проводят по п. 2.5 и 2.6 на одном брусе один раз в неделю.

При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному из показателей по нему проводят повторные испытания на удвоенном количестве брусьев, взятых от той же партии.

Результаты повторных испытаний распространяются на всю партию.

4. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

4.1. Химический состав определяют по методам, изложенным в обязательных приложениях 2, 3, а массовую долю SiO_2 допускается определять по ГОСТ 2642.3—86 или другими методами, обеспечивающими заданную точность.

4.2. Размеры, разнотолщинность и предельные отклонения брусьев проверяют металлической линейкой по ГОСТ 427—75 с ценой деления 1 мм или рулеткой по ГОСТ 7502—80. Измерение проводят по ребрам бруса.

4.3. Отклонение от прямых углов бруса определяют при помощи угольника по ГОСТ 3749—77 или угломером по ГОСТ 5378—66. Измерение проводят в средней части каждого ребра.

4.4. Допуск прямолинейности бруса определяют при помощи щупа по ГОСТ 882—75 измерением просвета на контрольной плите или выверенной горизонтальной плоскости, или измерением просвета между брусом и наложенной на него поверочной линейкой по ГОСТ 8026—75, или любым другим способом, обеспечивающим требуемую точность.

4.5. Глубину сколов и отбитость углов определяют по ГОСТ 15136—78.

4.6. Глубину выколок определяют при помощи калибров, утвержденных в установленном порядке, или штангенглубиномером по ГОСТ 162—80.

4.7. Ширину трещин и неплотно заваренных швов определяют при помощи щупа по ГОСТ 882—75.

4.8. Металлические включения, включения графита и непроплав проверяют визуально при любом (естественном или искусственном) освещении без применения увеличительных приборов.

4.9. Плотность стеклобруса определяют по ГОСТ 2409—80.

5. МАРКИРОВКА, УПАКОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Маркировку брусьев проводят по ГОСТ 1502—72 на одной из нешовных граней водостойкой краской или жировым карандашом по нормативно-технической документации с указанием массы бруса.

5.2. Брусья упаковывают в контейнеры по ГОСТ 15102—75, ГОСТ 20435—75, ГОСТ 18477—79 или в кузов автомашины с прокладкой каждого бруса профильной резиной по нормативно-технической документации или древесной стружкой по ГОСТ 5244—79, или гофрированным картоном по ГОСТ 7376—77. Масса грузового места для малотоннажных и среднетоннажных контейнеров по ГОСТ 15102—75, ГОСТ 20435—75 и ГОСТ 18477—79 не более 120 кг.

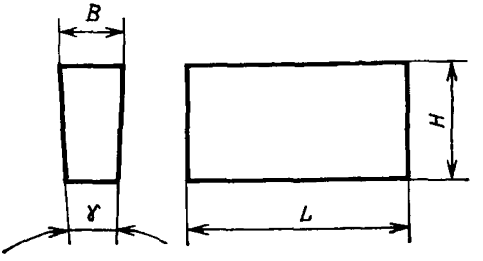
5.3. Транспортирование брусьев проводят автомобильным или железнодорожным транспортом в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

5.4. Хранение брусьев — по ГОСТ 24717—81.

Допускается хранение брусьев на площадках с твердым покрытием с последующим покрытием брусьев полиэтиленовой пленкой по ГОСТ 10354—82 или другим материалом, обеспечивающим сохранность от атмосферных осадков.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Справочное

Клиновой брус



1. Размеры B, L, H должны соответствовать размерам табл. 1.
2. Угол клина в градусах (γ) выбирается из размерного ряда: 8, 15. Допускается изготовление клиновых брусьев с другими углами по согласованию между изготовителем и потребителем.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА

Определение щелочных металлов в кварцевых песках и кварцевом брусе пламенно-фотометрическим методом

Метод устанавливает определение примесей калия, натрия в испытуемом материале с помощью пламенного фотометра. Метод основан на способности атомов металла возбуждаться в пламени и испускать характерное для каждого металла излучение, которое выделяется при помощи светофильтров или монохроматора и, попадая на фотоэлемент, вызывает фототок, фиксирующийся гальванометром. Интенсивность излучения, а следовательно значение фототока, зависит от концентрации элемента в растворе. Переведение в раствор испытуемого материала осуществляется разложением его фтористоводородной кислотой в присутствии серной кислоты.

Значения коэффициентов вариации при определении щелочных элементов (натрия, калия) в зависимости от концентрации при доверительной вероятности $P=0{,}95$ приведены в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля натрия (калия), %	Коэффициент вариации	
	V_{Na}	V_{K}
0,00n	7	3
0,0n	4,5	3
0,n	4,5	3

1. Аппаратура, материалы, реактивы

Наименование, характеристика	Тип, марка
1. Пламенный фотометр	Тип ФПЛ-1, ПФМ, ПАЖ или любой другой
2. Компрессор	КСМ-1 или другой
3. Шкаф сушильный	№ 3
4. Весы	ВЛР-200 по ГОСТ 24104—80 или любые другие 2-го класса точности с пределами взвешивания до 200 г
5. Баня водяная	—
6. Баня воздушная	—
7. Чашки платиновые № 115—4	ГОСТ 6563—75
8. Колбы мерные вместимостью 25, 50, 100, 250, 500, 1000 см^3	ГОСТ 25336—82
9. Пипетки стеклянные вместимостью 5, 10 см^3 с ценой деления 0,05 см^3	ГОСТ 6859—72
10. Бюретки стеклянные вместимостью 50 см^3	ГОСТ 6859—72
11. Бюксы стеклянные	ГОСТ 25336—82
12. Эксикатор	ГОСТ 25336—82
13. Ступка из агата или кварцевого стекла с пестиком	—
14. Баллон с пропаном — бутаном	3—50 по ГОСТ 15860—70
15. Калий хлористый (KCl) х. ч.	ГОСТ 4234—77
16. Натрий хлористый (NaCl) х. ч.	ГОСТ 4233—77
17. Кислота фтористоводородная 40% (HF) х. ч.	ГОСТ 10484—78
18. Кислота серная (H_2SO_4) х. ч. плотность 1,84 г/см^3	ГОСТ 4202—77
19. Кислота азотная (HNO_3) х. ч. плотность 1,42 г/см^3	ГОСТ 4461—77
20. Кислота соляная (HCl) х. ч. плотность 1,19 г/см^3	ГОСТ 3118—77
21. Спирт этиловый	ГОСТ 18300—87
22. Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
23. Ткани хлопчатобумажные технические бельтинг	ГОСТ 2924—77
24. Калька	ГОСТ 892—70

Продолжение

Наименование, характеристика	Тип, марка
25. Вата	ГОСТ 10477—75
26. Бумага миллиметровая	ГОСТ 334—73
27. Бутылки полиэтиленовые вместимостью 1000 см³	—

2. Отбор проб

2.1. Отбор образцов проводят по ГОСТ 3885—73 от анализируемого вида сырья, партии, бруса.

2.2. Отбирают среднюю пробу испытуемого материала (п. 2.1) методом квартования массой 10 г.

Примечание. Куски стекла необходимо предварительно вымыть дистиллированной водой, протереть спиртом, просушить и, завернув в кальку и бельтинг, измельчить молотком до размеров 0,2—0,5 см.

Отобранную среднюю пробу растирают в ступке из агата или кварцевого стекла до состояния «пудры» (размер зерен 5—10 мкм).

Отобранную пробу хранят в пакете из кальки.

3. Подготовка к анализу

3.1. Подготовка аппаратуры

Подготовку аппаратуры (пламенный фотометр, установки сжатого воздуха и горючего газа) осуществляют в полном соответствии с описанием и инструкциями, прилагаемыми к приборам.

3.2. Приготовление растворов

3.2.1. Исходный стандартный раствор, содержащий 1 мг/см³ калия, натрия: 1,9069 г хлористого калия и 2,5420 г хлористого натрия, предварительно высушенных в сушильном шкафу при температуре 110° С в течение 1 ч и охлажденных в эксикаторе, растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и доливают до метки дистиллированной водой.

1 см³ раствора содержит 1 мг калия, натрия.

3.2.2. *Приготовление серий стандартных растворов*

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ отбирают соответствующее количество исходного стандартного раствора, указанное в табл. 2, доливают до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Таблица 2

Массовая концентрация, приготовляемого раствора Na, K, мг/см³	Объем исходного стандартного раствора, см³
$1{,}0 \cdot 10^{-1}$	100
$5{,}0 \cdot 10^{-2}$	50
$2{,}0 \cdot 10^{-2}$	20
$1{,}0 \cdot 10^{-2}$	10
$0{,}5 \cdot 10^{-2}$	5

Продолжение табл. 2

Массовая концентрация, приготовляемого раствора Na, K, мг/см³	Объем исходного стандартного раствора, см³
$2 \cdot 10^{-3}$	20*
$1 \cdot 10^{-3}$	10*
$0{,}5 \cdot 10^{-3}$	5*
$0{,}2 \cdot 10^{-3}$	20**
$0{,}1 \cdot 10^{-3}$	10**
$0{,}5 \cdot 10^{-4}$	5**
$0{,}2 \cdot 10^{-4}$	20***
$0{,}1 \cdot 10^{-4}$	10***

* Для приготовления стандартных растворов, содержащих по $2 \cdot 10^{-3}$; $1 \cdot 10^{-3}$, $5 \cdot 10^{-3}$ мг/см³ Na, K, используют стандартный раствор, содержащий $1 \cdot 10^{-1}$ мг/см³ Na, K.

** Для приготовления стандартных растворов, содержащих по $0{,}2 \cdot 10^{-3}$; $0{,}1 \cdot 10^{-3}$; $0{,}5 \cdot 10^{-4}$ мг/см³ Na, K, используют стандартный раствор, содержащий $1 \cdot 10^{-2}$ мг/см³ Na, K.

*** Для приготовления стандартных растворов, содержащих по $0{,}2 \cdot 10^{-4}$; $0{,}1 \cdot 10^{-4}$ мг/см³ Na, K, используют стандартный раствор, содержащий $1 \cdot 10^{-3}$ мг/см³ Na, K.

3.2.3. Приготовленные стандартные растворы хранят в полиэтиленовых бутылях.

4. Проведение анализа

4.1. Разложение пробы

В предварительно взвешенные платиновые чашки берут две параллельные навески из средней пробы массой 0,10—0,25 г.

Каждую навеску смачивают дистиллированной водой, приливают 10 см³ фтористоводородной кислоты и 7—10 капель концентрированной серной кислоты и ставят на водяную баню.

При разложении навески пробы содержимое чашки необходимо периодически перемешивать платиновым шпателем или путем вращения чашки.

Если фтористоводородная кислота выпарилась, а навеска не разложилась, то приливают еще 5 см³ фтористоводородной кислоты.

После полного разложения навески пробы усиливают нагрев и выпаривают избыток фтористоводородной кислоты.

Переносят чашки на воздушную баню и постепенно, повышая температуру, выпаривают серную кислоту (в чашках остается белый сухой остаток).

Выпаривание ведут медленно, чтобы кислота не поднималась по стенкам чашек.

Обрабатывают сухой остаток 2—3 см³ азотной кислоты для разрушения органических примесей и после этого выпаривают азотную кислоту досуха (остается сухой осадок).

Примечание. При анализе кварцевого бруса допускается обработку азотной кислоты не производить.

Полученный осадок в платиновых чашках обрабатывают 2—3 см³ соляной кислоты, затем выпаривают ее на водяной бане досуха.

В чашки с сухим остатком приливают 2—3 см³ соляной кислоты и горячей дистиллированной водой обмывают стенки чашки.

Переливают раствор из платиновых чашек в мерные колбы вместимостью 25 см³, тщательно обмывая чашки горячей дистиллированной водой.

Охлаждают раствор в колбах до 20° С, доливают до метки дистиллированной водой, затем тщательно перемешивают.

Параллельно с испытуемыми пробами ведут анализ контрольной пробы, подвергая ее всем вышеизложенным операциям.

4.2. Фотометрирование

Наливают в кюветы по 15 см³ раствора и производят его фотометрирование в соответствии с описанием, приложенным к пламенному фотометру, применяя метод ограничивающих растворов. Определяют значения показаний гальванометра для растворов испытуемой пробы и двух стандартных растворов, один из которых дает большее, а другой меньшее значение по сравнению с значением для испытуемой пробы.

Для исключения влияния изменения давления газов повторяют всю серию измерений в обратном порядке и берут среднее значение двух полученных показаний гальванометра.

Производят фотометрирование контрольной пробы и полученное для нее значение вычитают из среднего значения показаний раствора испытуемой пробы.

Полученные данные записывают по рекомендуемой форме, указанной ниже.

ФОРМА ЗАПИСИ

Дата проведения анализа _____

Характеристика анализируемой пробы _____

Масса чашки с навеской, г _____

Масса пустой чашки, г _____

Навеска, г _____

Разведение в объеме _____ см³

Фотометрирование растворов _____

название определяемого элемента

	Отсчеты					
	I	II	ср.	I	II	ср.
Раствор пробы	—	—	—	—	—	—
Стандартный раствор мг/см³	—	—	—	—	—	—
	—	—	—	—	—	—
Раствор контрольной пробы	—	—	—	—	—	—

Количество определяемого окисла, %

X_1= _____ X_2 _____

Средний результат X= _____

Сравнение результатов

Погрешность результатов

Окончательный результат $X \pm \varepsilon (P=0{,}95)$

Суммарный результат содержания щелочных элементов в пробе записать в виде: $C_{K_2O} = (X_{Na} + X_K)$ при $P=0{,}95$.

5. Обработка результатов

5.1. Строят градуировочные графики для каждого элемента: натрия (калия) отдельно, отложив на оси абсцисс значение массовой концентрации стандартных

растворов (в мг/см³), на оси ординат — среднее значение показаний гальванометра для этих стандартных растворов.

5.2. Определяют по градуировочному графику массовую концентрацию элемента в мг/см³ в испытуемой пробе по соответствующему значению показания гальванометра, учитывая значение контрольной пробы.

5.3. Массовую долю натрия (калия) или (X_1; X_2) в процентах в испытуемой пробе вычисляют по формуле

$$X_1(X_2) = \frac{m \cdot V \cdot 100}{m_1 \cdot 1000 \cdot 1000},$$

где m — массовая концентрация, вычисленная по п. 5.2, мг/см³;

V — общий объем испытуемого раствора, см³;

m_1 — навеска пробы, г.

$$C_{Na_2O} = 1{,}35 \cdot X_{Na}; \quad C_{K_2O} = 1{,}2 \cdot X_K.$$

5.4. Среднее значение массовой доли каждого элемента для двух параллельных навесок пробы ($\overline{X}$) в процентах вычисляют по формуле

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}.$$

5.5. Проверяют правильность результатов, для чего:

вычисляют среднее квадратическое отклонение единичного результата (S).

$$S = \frac{v \cdot \overline{X}}{100},$$

где v — коэффициент вариации;

$\overline{X}$ — среднее значение массовой доли элемента, %.

Сравнивают результаты:

если $(X_1 - X_2) \leqslant 4S$ — результаты правильны,

если $(X_1 - X_2) > 4S$ — результаты неверны (анализ повторяют).

5.6. Погрешность результата (ε) вычисляют по формуле

$$\varepsilon = \pm \frac{2S}{\sqrt{n}},$$

где n — число параллельных опытов;

S — среднее квадратическое отклонение единичного результата.

5.7. Результат (X) вычисляют по формуле,

где $X = \overline{X} \pm \varepsilon$ (при доверительной вероятности $P = 0{,}95$),

$\overline{X}$ — среднее значение массовой доли элемента натрия (калия), %;

ε — погрешность результата.

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Обязательное

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ В КВАРЦЕВЫХ ПЕСКАХ И КВАРЦЕВОМ БРУСЕ МЕТОДОМ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

Метод спектрального анализа основан на возбуждении спектра при обжигании образца в дуге постоянного тока в тонкостенном канале угольного анода.

1. Оборудование, материалы, реактивы

1.1. Для проведения спектрального анализа применяют оборудование, материалы и реактивы, указанные в табл. 1.

Таблица 1

Наименование, характеристика	Тип, марка
Кварцевый спектрограф средней дисперсии с трехлинзовым конденсатором	ИСП-30 или ИСП-28
Источник постоянного тока	Выпрямитель полупроводниковый или другого типа
Микрофотометр	ИФО-460; МФ-2; МФ-4
Генератор дуги	ИВС-28; ДГ-2
Весы технические	ВЛР-1 по ГОСТ 24104—80 или любые другие 3-го класса точности с пределами взвешивания до 1000 г
Весы аналитические	ВЛР-200 по ГОСТ 24104—80 или любые другие 2-го класса точности с пределами взвешивания до 200 г
Дистиллятор	ТЭ-4—2 или любой другой
Шкаф сушильный	ШС-150°С
Приспособление для заточки угольных верхних электродов (катодов)	ШПР-164
Приспособление для заточки угольных нижних электродов (анодов)	По нормативно-технической документации
Ступка и пестик из кварцевого стекла или агата	По нормативно-технической документации
Очки защитные	ГОСТ 12.4.003—80
Секундомер	СМ-60, ГОСТ 5072—79
Электроды графитовые кудиновские, спектрально-чистые С-3	По нормативно-технической документации
Фотопластинки спектральные тип I, чувствительность 4—6 отн. ед. размер 9×12 см	ГОСТ 10691.0—73
Бумага миллиметровая или масштабно-координатная марки ПЛН Арт. 0715	ГОСТ 334—73
Бельтинг хлопчатобумажный	ГОСТ 2924—77
Вата медицинская	ГОСТ 5556—81

Продолжение табл. 1

Наименование, характеристика	Тип, марка
Кислота соляная (HCl) х. ч.	ГОСТ 14261—77
Порошок графитовый С-3	По нормативно-технической документации
Алюминия окись для спектрального анализа (Al_2O_3)	То же
Железа окись (Fe_2O_3)	»
Магния окись (MgO)	»
Кальций углекислотный ($CaCO_3$)	»
Метол (четыреметилалюмофенолсульфат)	ГОСТ 25664—83
Гидрохинол ($C_6H_4(OH_2)$)	ГОСТ 19627—74
Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$)	СТ СЭВ 223—75
Натрий сернистокислый безводный (Na_2SO_3)	ГОСТ 195—77
Кремния окись (SiO_2) ОСЧ 12—4	По нормативно-технической документации
Кислота уксусная $C_2H_4O_2$ х. ч.	ГОСТ 61—75
Спирт этиловый	ГОСТ 18300—87

2. Отбор проб

2.1. Отбор образцов проводят по ГОСТ 3885—73 от анализируемого вида сырья, партии бруса.

2.2. По форме и массе образцы для анализа должны соответствовать указанным в табл. 2.

Таблица 2

Анализируемый образец	Форма образца	Масса образца, г, не менее
Стеклобрус	Куски любой формы	1,0
Песок	В виде крупки	1,0

3. Подготовка к анализу

3.1. Приготовление образцов сравнения

В качестве образцов сравнения применяют смесь соединений определяемых элементов с прокаленной двуокисью кремния. Прокаливание при 1200° С в течение 120 мин.

3.1.1. Головной образец сравнения с массовой долей 5% алюминия и по 1% железа, кальция и магния (в расчете на металл) готовят тщательным растиранием в течение не менее 1 ч в агатовой или кварцевой ступке 0,8490 г окиси кремния и 0,1510 г смеси химических соединений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Соединение	Масса, г
Алюминия окись Al_2O_3	0,0945
Железа окись Fe_2O_3	0,0150
Кальций углекислый $CaCO_3$	0,0249
Магния окись MgO	0,0166

3.1.2. Для лучшего распределения примесей растирание проводят с добавлением 2,0 см³ этилового спирта. Сушат образцы сравнения в сушильном шкафу при температуре 150° С в течение 30 мин. Высушенный образец сравнения вновь тщательно перемешивают в ступке не менее 30 мин.

Из головного образца сравнения путем последовательного разбавления двуокисью кремния приготовляют образцы сравнения с массовой долей алюминия 0,5, 0,35, 0,25, 0,125, 0,05, 0,025%, железа, магния, кальция по 0,1, 0,07, 0,05, 0,025, 0,01, 0,005%.

В образцы сравнения вводят графитовый порошок в соотношении 1 : 1.

Хранят приготовленные образцы сравнения в пакетах из кальки. На пакетах должна быть указана массовая доля образца сравнения и дата приготовления.

3.2. Подготовка образцов

Поступившие на анализ образцы бруса моют дистиллированной водой, протирают спиртом, измельчают, предварительно завернув в кальку и бельтинг.

Измельченные образцы промывают дистиллированной водой и просушивают в сушильном шкафу при температуре 100—120° С в течение 20—30 мин.

Примечание. Кварцевый песок обработке для подготовки образцов не подвергают.

Образцы бруса после сушки и кварцевый песок истирают в агатовой или кварцевой ступке до состояния «пудры».

Смешивают в ступке 100 мг тонкоизмельченного порошка — «пудры» — пробы со 100 мг графитового порошка до однородной массы и высыпают в пакет из кальки. На пакете должно быть нанесено обозначение образца.

3.3. Подготовка угольных электродов

Затачивают верхние угольные электроды (катоды) на конус под углом 15°.

В нижних угольных электродах (анодах) вытачивают канал диаметром 3,5 мм, глубиной 3,0 мм, толщиной стенки электрода 0,5 мм.

3.4. Приготовление проявителя и фиксажа

Проявитель приготовляют из растворов А и Б.

Раствор А готовят следующего состава:

метола, г	2,0
натрия сернистокислого безводного, г	52,0
гидрохинона, г	10,0
дистиллированной воды (добавляют до общего объема)	1000 см³

Раствор Б готовят следующего состава:

калия углекислого, г	52,0
калия бромистого, г	2,0
дистиллированной воды (добавляют до общего объема)	1000 см³.

Растворы А и Б смешивают в соотношении 1 : 1 перед проявлением пластинки. Срок хранения раствора — месяц (раствор не следует использовать вторично).

Фиксаж готовят, растворяя в 1000 см³ дистиллированной воды:

натрия серноватистокислого, г	250,0
натрия сернистокислого безводного, г	25,0
уксусной кислоты, см³	5,0.

4. Проведение анализа

4.1. Возбуждение и фотографирование спектра

Заполняют каналы угольных электродов (анодов) смесью анализируемого образца с графитовым порошком и образцами сравнения (по три электрода на каждый образец сравнения и анализируемый образец).

Фотографируют спектры на кварцевом спектрографе ИСП-28 или ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели при соблюдении следующих условий:

между вертикально поставленными в штатив спектрографа электродами (анод снизу) зажигают дугу постоянного тока силой 12 А,

ширина щели спектрографа, мкм	12,0
расстояние между электродами, мм	2,0
промежуточная диафрагма, мм	3,2
время экспозиции, с	90.

Фотопластинку проявляют, фиксируют, промывают и сушат.

4.2. Фотометрирование

Устанавливают фотопластинку на столик микрофотометра, измеряют по логарифмической шкале почернение аналитических линий определяемых элементов ($S_{\lambda+\Phi}$) и близлежащего фона (S_{Φ}).

Аналитические линии в нм: Fe — 248,3
Al — 257,5
Mg — 277,9
Ca — 317,9

Рассчитывают по трем спектрам среднее арифметическое значение разности почернений аналитической линии определяемого элемента и фона $\Delta S = S_{\lambda+\Phi} - S_{\Phi}$.

4.3. Обработка результатов

Для каждого определяемого элемента по средним значениям трех спектров образцов сравнения строят градуировочный график.

На оси абсцисс откладывают логарифмы концентраций определяемого элемента в образцах сравнения (lgC), на оси ординат — среднее арифметическое значение разности почернений аналитических линий и фона (ΔS).

По градуировочным графикам определяют содержание элементов в анализируемом образце.

Точность метода характеризуется коэффициентом вариации, равным 15—20% для разных элементов с доверительной вероятностью 0,95.

СОДЕРЖАНИЕ

I. Классификация, номенклатура и общие нормы

21739—76 Пироскопы керамические. Технические условия 3

II. Кремнеземистые изделия

1566—71 Изделия огнеупорные динасовые для электросталеплавильных печей. Технические условия 10

3910—75 Изделия огнеупорные динасовые для кладки стекловаренных печей. Технические условия 24

4157—79 Изделия огнеупорные динасовые. Технические условия . . . 38

9800—84 Брусья из непрозрачного плавленого кварцевого стекла. Технические условия 45

III. Алюмосиликатные изделия

390—83 Изделия огнеупорные шамотные и полукислые общего назначения. Технические условия 61

1598—75 Изделия огнеупорные шамотные для кладки доменных печей. Технические условия 69

3272—71 Изделия огнеупорные шамотные и полукислые для футеровки вагранок. Технические условия 79

5040—78 Изделия легковесные — теплоизоляционные огнеупорные и высокоогнеупорные. Технические условия 85

5341—69 Изделия огнеупорные шамотные для футеровки сталеразливочных ковшей. Технические условия 100

5500—75 Изделия огнеупорные стопорные для разливки стали из ковша. Технические условия 112

6024—75 Изделия огнеупорные динасовые и шамотные для кладки мартеновских печей. Технические условия 153

7151—74 Изделия огнеупорные алюмосиликатные крупноблочные для стекловаренных печей. Технические условия 167

8691—73 Изделия огнеупорные и высокоогнеупорные общего назначения. Технические условия 177

10352—80 Изделия огнеупорные шамотные для топок котлов судов морского флота. Технические условия 204

10381—75 Изделия высокоогнеупорные муллитовые для кладки лещади доменных печей. Технические условия 208

11586—69 Изделия огнеупорные для сифонной разливки стали . . . 216

15635—70 Изделия огнеупорные шамотные для футеровки чугуновозных ковшей. Технические условия 254

20901—75 Изделия огнеупорные и высокоогнеупорные для кладки воздухонагревателей и воздухопроводов горячего дутья доменных печей. Технические условия 264

21436—75 Изделия огнеупорные и высокоогнеупорные для футеровки вращающихся печей. Технические условия 287

22442—77 Изделия огнеупорные для стабилизирующих камер газовых горелок. Технические условия 305

23053—78 Изделия огнеупорные бадделеито-корундовые для стекловаренных печей. Технические условия 316

23619—79 Материалы и изделия огнеупорные теплоизоляционные стекловолокнистые. Технические условия 348

24704—81 Изделия огнеупорные муллитокремнеземистые, муллитовые, муллитокорундовые и корундовые. Технические условия . . 362

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНЫЕ ИЗДЕЛИЯ

Часть 1

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *Г. А. Теребинкина*
Корректор *В. С. Черная*

Сдано в наб. 02.03.87. Подп. в печ. 16.12.87. Формат 60×90¹/₁₆. Бумага книжно-журнальная. Гарнитура литературная. Печать высокая. 23,5 усл. п. л. 23,63 усл. кр.-отт. 21,51 уч.-изд. л. Тираж 20000. Зак. 791. Цена 1 р. 30 к. Изд. № 9439/2.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов,
123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3

Великолукская городская типография управления издательств,
полиграфии и книжной торговли Псковского облисполкома,
182100, г. Великие Луки, ул. Полиграфистов, 78/12

gost.e-ecolog.ru