Группа И29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОГНЕУПОРЫ НЕФОРМОВАННЫЕ

Методы отбора и подготовки проб

ГОСТ 26565—85

Unmoulded refractories. Methods of sampling and sample preparation

МКС 81.080
ОКСТУ 1509

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 июня 1985 г. № 1844 дата введения установлена

01.07.86

Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

Настоящий стандарт устанавливает методы отбора и подготовки проб для испытаний неформованных огнеупоров (масс, смесей, порошков различного назначения, в том числе заправочных, заполнителей, мертелей, цементов, порошковых и кусковых полуфабрикатов).

Метод предусматривает опробование складированного или находящегося в движении материала путем отбора и смешения точечных проб и последующей подготовки лабораторной пробы.

Стандарт не распространяется на огнеупорное сырье.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 1511—89 в части неформованных огнеупоров.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1. Точечные пробы отбирают от каждой контролируемой партии равномерно по массе или по времени, как правило, в процессе погрузочно-разгрузочных работ. Пробы отбирают от материалов без упаковки и в упакованном виде.

1.2. Отбор проб проводят механизированным или ручным способом.

1.3. Термины, применяемые в стандарте, и пояснения к ним приведены в приложении 1.

2. АППАРАТУРА

2.1. Для механизированного отбора проб применяют пробоотборники различных конструкций (секторные, ковшевые, лотковые и др.), удовлетворяющие следующим требованиям:

пробоотбирающее устройство должно пересекать весь поток материала с постоянной скоростью и в равные промежутки времени.

При отборе проб от материала крупностью до 1 мм допускается частичное пересечение потока;

емкость пробоотбирающего устройства должна быть достаточной для отбора всей массы точечной пробы за одну отсечку при заполнении не более чем на $^3/_4$ объема;

ширина щели между отсекающими краями пробоотбирающего устройства должна быть не менее трех диаметров максимального куска материала;

конструкция пробоотборника должна быть удобной для очистки и проверки;

электросхема пробоотборников должна обеспечивать автоматическое или дистанционное управление, изменение интервала времени между отборами точечных проб;

пульты управления пробоотборниками должны быть сблокированы системой управления транспортными механизмами.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1990 г. (ИУС 8—90).

gost.e-ecolog.ru

2.2. Для ручного отбора проб применяют:

металлические щупы произвольной конструкции, обеспечивающие захват материала данной крупности в количестве, приблизительно равном точечной пробе;

металлические совки, обеспечивающие отбор точечных проб установленной массы;

молотки массой от 0,4 до 0,9 кг;

тару необходимой вместимости для сбора точечных проб.

2.3. При подготовке проб применяют:

дробилки, мельницы и истиратели, соответствующие размерам зерен и твердости материала;

набор сит с размером отверстия сеток, отвечающих крупности дробления и измельчения;

механические и ручные делители (желобчатые, радиально-щелевые и т. п.);

весы лабораторные;

лопаты, совки.

3. ПОДГОТОВКА К ОТБОРУ ПРОБ

3.1. Массу партии и максимальный размер зерен устанавливают по нормативно-технической документации на опробуемую продукцию.

Определяют массу точечной пробы по п. 3.2, коэффициент вариации и категорию однородности материала — по п. 3.3; число точечных проб от партии — по п. 3.4.

3.2. Масса точечной пробы

3.2.1. Массу точечной пробы, отбираемой механическим пробоотборником из потока продукции ($m_{мех}$), в килограммах, вычисляют по формуле

$$m_{мех} = \frac{Q \cdot b}{3600 \cdot v},$$

где Q — производительность опробуемого потока материала, т/ч;

b — ширина щели пробоотбирающего устройства (ковша, лотка, ножа), мм;

v — скорость движения пробоотбирающего устройства, м/с.

3.2.2. При отборе вручную в зависимости от максимального размера зерен материала масса точечной пробы должна быть не менее указанной в табл. 1. Расхождение по массе отдельных точечных проб не должно превышать 20 %.

Таблица 1

Максимальный размер зерна, мм	Масса точечной пробы, кг, не менее
До 1 включ.	0,1
Св. 1 до 5 включ.	0,5
» 5 » 10 »	1,0
» 10 » 20 »	2,0
» 20 » 50 »	5,0

Для материалов с максимальным размером зерен свыше 50 мм массу точечной пробы (m) в килограммах вычисляют по формуле

$$m = 0{,}1 \cdot d,$$

где d — максимальный размер зерна, мм.

3.3. Коэффициент вариации и категория однородности материала

3.3.1. Коэффициент вариации содержания одного из нормируемых компонентов химического состава или одной из нормируемых фракций зернового состава материала определяют экспериментально для каждого типа неформованных огнеупоров (приложение 2).

Примечание. Коэффициенты вариации содержания других компонентов химического состава и других фракций материала принимают по соответствующим коэффициентам, определенным по п. 3.3.1.

3.3.2. Коэффициент вариации качества данного типа материала проверяют при изменении технологии изготовления продукции.

3.3.3. В зависимости от коэффициента вариации V материал имеет две категории однородности:

однородный — при V до 10 %;

неоднородный — при V свыше 10 %.

3.4. Число точечных проб

3.4.1. Минимальное число точечных проб от партии N в зависимости от массы партии M и категории однородности материала, выраженной через коэффициент вариации V, рассчитанное по формуле $N = 0{,}1 \cdot V \cdot \sqrt{M}$, принимают по табл. 2.

Таблица 2

Масса партии, т	Число точечных проб, не менее, для материалов	
	однородных (V = 10 %)	неоднородных (V = 25 %)
До 10 включ.	3	8
Св. 10 до 25 »	5	13
» 25 » 100 »	10	25
» 100 » 200 »	14	35
» 200 » 300 »	17	43
» 300 » 400 »	20	50
» 400 » 500 »	22	56

Примечание. Число точечных проб материалов с максимальным размером зерен до 3 мм принимают по графе «для однородных материалов», для материалов с максимальным размером зерен свыше 3 мм — по графе «для неоднородных материалов».

4. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

4.1. Отбор проб механизированным способом

4.1.1. Механизированный отбор проб проводят при загрузке и разгрузке бункеров, вагонов и других транспортных емкостей.

4.1.2. Механизированный отбор проб проводят механическими пробоотборниками, удовлетворяющими требованиям п. 2.1, с учетом числа точечных проб, указанного в п. 3.4. Период отбора точечных проб (t) в минутах вычисляют по формуле

$$t = \frac{60 \cdot M}{Q \cdot N},$$

где M — масса партии, т;

Q — производительность потока материала, т/ч;

N — число точечных проб.

4.2. Отбор проб ручным способом

4.2.1. Из потока движущегося материала пробу отбирают при остановке конвейера путем полного снятия отреза потока материала в совок в количестве, равном массе точечной пробы. Для однородных материалов крупностью до 1 мм допускается снятие половины ширины потока. При транспортировании материала пневмотранспортом пробу отбирают до поступления его в пневмосистему.

4.2.2. При отборе проб от неподвижно лежащего материала (из штабелей, на складах, из единиц упаковок и т. п.) в зависимости от крупности материала применяют способы, указанные в пп. 4.2.2.1—4.2.2.3.

4.2.2.1. При максимальном размере зерен до 10 мм пробы отбирают щупом, вводимым в слой материала на глубину не менее 0,3 м.

4.2.2.2. При максимальном размере зерен до 50 мм пробы отбирают из лунок глубиной 0,2—0,4 м совком, вдвигаемым снизу вдоль стенки лунки. Количество захватываемого в один прием материала должно быть приблизительно равно массе точечной пробы.

4.2.2.3. При размере зерен свыше 50 мм, если проба не предназначена для определения зернового состава, пробу от кусков размером более 50 мм отбирают откалыванием молотком кусков размером не более 20 мм. Если проба предназначена также для определения зернового состава, ее отбирают по п. 4.2.2.2.

4.2.3. При отборе точечных проб от незатаренного материала точки отбора размещают на поверхности штабеля равномерно, отступая от краев штабеля на расстояние не менее 0,5 м; при расположении материала конусом места отбора проб должны располагаться на $^1/_3$ и $^2/_3$ высоты и на расстоянии 0,5 м от основания конуса.

4.2.4. Количество точечных проб, отбираемых от материала, насыпанного штабелями или конусами, должно быть пропорционально числу штабелей и общему количеству точечных проб от партии, указанному в табл. 2.

4.2.5. От затаренного материала (мешков, контейнеров, упаковочных единиц пластических масс) проводят двухстадийный отбор проб. На первой стадии составляют выборку из упаковочных единиц, на второй стадии от каждой упаковочной единицы отбирают одну (для мешков) или несколько (для контейнеров) точечных проб.

4.2.5.1. Объем выборки для отбора проб приведен в табл. 3.

Таблица 3

Количество упаковочных единиц в партии	Количество отбираемых упаковочных единиц
1	1
Св. 1 до 10	2
» 10 » 100	5
и от каждой последующей 100-й	1

4.2.5.2. Число точечных проб n, отбираемых из контейнеров, вычисляют по формуле

$$n = \frac{N}{N_1},$$

где N — количество требуемых точечных проб по табл. 2;

N_1 — количество контейнеров в выборке от партии.

5. ПОДГОТОВКА ЛАБОРАТОРНОЙ ПРОБЫ

5.1. Отобранные точечные пробы соединяют в объединенную пробу.

5.2.2 Подготовка лабораторной пробы из объединенной включает перемешивание, сокращение, измельчение (при необходимости). Пробы, не предназначенные для определения зернового состава, измельчают до максимального размера зерен не более 2 мм.

5.3. В зависимости от максимального размера зерен материала пробу сокращают до массы, указанной в табл. 4.

Таблица 4

Максимальный размер зерен материала, мм	Масса лабораторной пробы, кг, не менее
До 5	1
Св. 5 до 10	2
» 10 » 20	4
» 20	5

Примечание. При крупности зерен материала более 20 мм материал в процессе сокращения подлежит измельчению. Если проба предназначена для определения зернового состава, сокращение проводят без измельчения.

5.4. Пробу сокращают до необходимой массы механизированным или ручным методом.

5.4.1. Пробы, отобранные механизированным методом, сокращают на механизированной установке, расположенной в непосредственной близости от места отбора проб.

5.4.2. При сокращении проб ручным способом следует применять вместе или раздельно следующие методы сокращения:

конусование и квартование;

сокращение желобчатым делителем;

квадратование.

5.4.3. При сокращении проб методом конусования и квартования материал распределяют на плите, затем, забирая его равномерно по периметру совком или лопатой, ссыпают в одну точку, принятую за центр, для образования конуса. Конусу придают форму плоского диска равномерной толщины, равной примерно $^1/_4$ первоначальной высоты. Диск с помощью линейки делят на четыре сектора. Материал двух противоположных секторов отбрасывают, двух других объединяют и повторяют операцию до получения лабораторной пробы необходимой массы.

5.4.4. Сокращение желобчатым делителем следует применять для материала крупностью не более 20 мм. Выбор желобчатого делителя определяется шириной его отверстия, которая не должна превышать трех размеров максимального зерна материала. Пробу делят последовательно на две равные части до получения массы, указанной в табл. 4.

5.4.5. Сокращение пробы методом квадратования следует применять для материала крупностью не более 10 мм. Пробу располагают на гладкой плите в виде плоского прямоугольника равномерной толщины, превышающей максимальный размер зерна в 4—10 раз (кратность обратно пропорциональна размеру зерна). Прямоугольник делят на примерно равные части-квадраты. Из каждой части совком, вводимым до дна слоя, отбирают точечную пробу. Совокупность всех проб составляет лабораторную пробу массой, указанной в табл. 4.

5.5. При подготовке проб из несыпучего материала (например, пластических масс) объединенную пробу перемешивают и сокращают методами, указанными в п. 5.4, до массы, принятой по табл. 4.

5.6. Лабораторную пробу делят пополам на две равные части, одна из которых предназначена для лабораторных испытаний, а другую хранят не менее 30 сут на случай разногласий в оценке качества неформованных огнеупоров.

6. УПАКОВКА И МАРКИРОВКА ЛАБОРАТОРНОЙ ПРОБЫ

Лабораторные пробы, подготовленные в соответствии с разд. 5, упаковывают в плотно закрывающиеся сосуды или пакеты и снабжают этикеткой, содержащей следующие данные:

наименование материала, марка;

назначение пробы;

номер и масса партии;

дата и место отбора;

подпись лица, ответственного за отбор и подготовку пробы.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Справочное

ТЕРМИНЫ, ПРИМЕНЯЕМЫЕ В СТАНДАРТЕ, И ПОЯСНЕНИЯ К НИМ

Термин	Пояснение	Термин	Пояснение
Партия продукции	По ГОСТ 15895—77*	Двухстадийный отбор проб	Отбор проб в две стадии. На первой стадии проводят систематический или произвольный отбор первичных единиц пробоотбора (например упаковочных единиц). На второй стадии — от каждой выбранной первичной единицы произвольно отбирают одну или несколько проб — вторичных единиц пробоотбора
Упаковочная единица	По ГОСТ 16299—78		
Поток продукции	По ГОСТ 15895—77*		
Выборка	По ГОСТ 15895—77*		
Точечная проба	По ГОСТ 15895—77*		
Объединенная проба	По ГОСТ 15895—77*		
Лабораторная проба	Количество материала, полученное в результате обработки объединенной пробы, предназначенное для лабораторных испытаний и подготовки аналитической пробы	Максимальный размер частиц (зерен)	Размер отверстия сита, на котором остается не более 5 % материала по массе
		Коэффициент вариации показателя качества	Среднее квадратическое отклонение результатов измерения показателя от среднего арифметического значения, выраженное в относительных процентах
Период отбора	Интервал времени между моментами отбора смежных точечных проб из потока продукции		

* На территории Российской Федерации действуют ГОСТ Р 50779.10—2000, ГОСТ Р 50779.11—2000.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Рекомендуемое

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТА ВАРИАЦИИ НОРМИРУЕМОГО ПОКАЗАТЕЛЯ КАЧЕСТВА И КАТЕГОРИИ ОДНОРОДНОСТИ НЕФОРМОВАННЫХ ОГНЕУПОРОВ

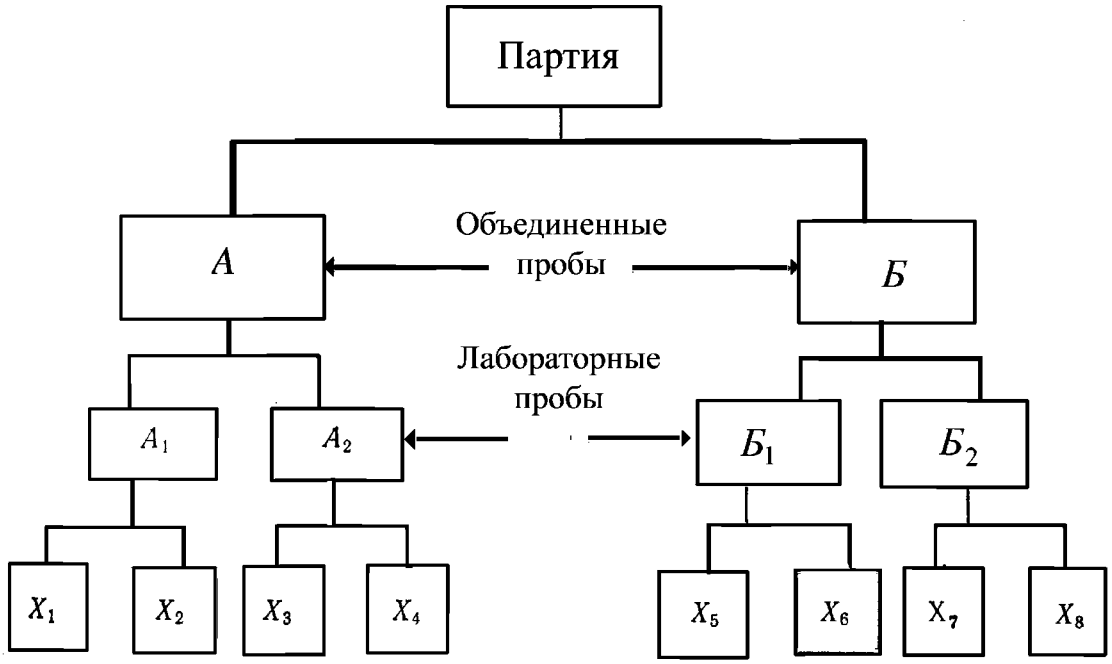
1. Отбор и подготовка проб

1.1. Принятым по стандарту методом опробования от партии отбирают 10 точечных проб массой, указанной в п. 3.2.2 настоящего стандарта.

1.2. Точечные пробы в процессе отбора объединяют в две объединенные пробы (*А* и *Б*) по пять точечных проб. В пробу *А* объединяют пробы под номерами 1, 4, 6, 7, 9; в пробу *Б* — пробы под номерами 2, 3, 5, 8, 10 (на основании таблицы случайных чисел).

1.3. Каждую из объединенных проб подвергают подготовке одним из методов, указанных в разд. 5 стандарта. Пробы, предназначенные для определения фракции зернового состава, сокращают и разделяют на две части без измельчения. Пробы, предназначенные для определения компонента химического состава, измельчают и сокращают для получения двух лабораторных проб с максимальным размером частиц не более 0,5 мм, массой примерно 200 г. Каждую из лабораторных проб анализируют дважды для определения контролируемого показателя.

Схема подготовки проб



Пробы для определения показателя качества

1.4. За контролируемые показатели химического состава принимают:

в магнезиальных огнеупорах — массовую долю окиси кальция,

в магнезиально-шпинелидных —окись хрома,

в алюмосиликатных — окись алюминия,

в кремнеземистых — двуокись кремния,

в цирконистых — двуокись циркония,

в огнеупорах других типов — основной контролируемый компонент.

За контролируемый показатель зернового состава принимают содержание одной из нормируемых фракций.

1.5. Количество опробуемых партий данного типа огнеупора должно быть не менее 10.

2. Обработка результатов

2.1. Среднее арифметическое значение результатов анализа вычисляют по формулам:
для объединенных проб *А* и *Б*:

$$\bar{X}_A = \frac{X_1 + X_2 + X_3 + X_4}{4}; \qquad \bar{X}_Б = \frac{X_5 + X_6 + X_7 + X_8}{4};$$

для проб от партии

$$\bar{X}_i = \frac{\bar{X}_A + \bar{X}_Б}{2};$$

для проб от 10 партий

$$\bar{X} = \frac{\sum\limits_{i=1}^{10} \bar{X}_i}{10}.$$

2.2. Дисперсии проб *А* и *Б* вычисляют по формуле

$$\sigma^2_A = \frac{1}{3}\sum_{i=1}^{4}(X_{A_i} - \bar{X}_A)^2; \qquad \sigma^2_Б = \frac{1}{3}\sum_{i=1}^{4}(X_{Б_i} - \bar{X}_Б)^2.$$

2.3. Дисперсию проб всех 10 партий и среднюю дисперсию вычисляют по формулам:

$$\sigma_i^2 = \frac{\sigma^2_{A_i} + \sigma^2_{Б_i}}{2}$$

где $i = 1, 2, \ldots, 10$.

$$\bar{\sigma}^2 = \frac{\sum\limits_{i=1}^{10} \sigma^2_i}{10}.$$

2.4. Среднее квадратическое отклонение по 10 партиям вычисляют по формуле

$$\bar{\sigma} = \sqrt{\bar{\sigma}^2}.$$

2.5. Средний коэффициент вариации (V) контролируемого показателя вычисляют по формуле

$$V = \frac{\bar{\sigma}}{\bar{X}} \cdot 100.$$

2.6. Категории однородности материала классифицируют по п. 3.3.3 настоящего стандарта.

Пример обработки результатов для расчета коэффициента вариации показателя качества приводится в таблице.

Пример обработки результатов для расчета коэффициента вариации показателя качества

Материал — смесь хромомагнезитовая марки СХМ, контролируемый показатель — массовая доля Cr_2O_3, %

Номер партии	Проба *А*									
	X_1	X_2	X_3	X_4	$\bar{X}_A$	$(X_{A_1}-\bar{X}_A)^2$	$(X_{A_2}-\bar{X}_A)^2$	$(X_{A_3}-\bar{X}_A)^2$	$(X_{A_4}-\bar{X}_A)^2$	$\sigma^2_A=\frac{1}{3}\sum_{i=1}^{10}(X_{A_i}-\bar{X}_A)^2$
1	17,4	18,6	14,9	16,8	16,925	0,226	2,806	4,101	0,016	2,383
2	15,0	19,9	19,6	18,0	18,125	9,766	3,151	2,560	0,016	5,164
3	20,8	20,3	19,5	18,4	19,750	1,103	0,303	0,063	1,823	1,097
4	31,0	29,7	31,4	27,1	29,800	1,440	0,010	2,560	7,29	3,767
5	27,2	24,6	26,0	25,7	25,875	1,756	1,626	0,016	0,031	1,143
6	32,7	31,0	26,7	32,9	30,825	3,516	0,031	17,016	4,301	8,288
7	32,7	31,0	32,9	32,3	32,225	0,226	1,501	0,456	0,075	0,756
8	35,4	33,3	34,6	32,4	33,925	2,176	0,391	0,456	2,326	1,783
9	19,3	21,1	17,5	18,4	19,075	0,051	4,101	2,481	0,456	2,363
10	20,0	17,6	17,3	18,3	18,300	2,890	0,490	1,000	0,000	1,460
Сумма										
Среднее										

$$\bar{\sigma} = \sqrt{\bar{\sigma}^2} = 1{,}588$$

$$V = \frac{\bar{\sigma}}{\bar{X}} \cdot 100 = 6{,}427$$

Продолжение

Номер партии	Проба *Б*											
	X_5	X_6	X_7	X_8	$\bar{X}_Б$	$(X_{Б_1}-\bar{X}_Б)^2$	$(X_{Б_2}-\bar{X}_Б)^2$	$(X_{Б_3}-\bar{X}_Б)^2$	$(X_{Б_4}-\bar{X}_Б)^2$	$\sigma^2_Б=\frac{1}{3}\sum_{i=1}^{10}(X_{Б_i}-\bar{X}_Б)^2$	$\sigma^2_i=\frac{\sigma^2_{A_i}+\sigma^2_{Б_i}}{2}$	$\bar{X}_i=\frac{\bar{X}_A+\bar{X}_Б}{2}$
1	17,3	17,1	14,0	16,4	16,2	1,21	0,81	4,84	0,40	2,300	2,342	16,56
2	22,9	19,5	20,4	20,0	20,7	4,84	1,44	0,09	0,490	2,287	3,726	19,41
3	20,0	20,5	19,5	20,5	20,125	0,016	0,141	0,391	0,141	0,412	0,755	19,94
4	31,8	30,8	31,4	28,0	30,5	1,690	0,090	0,810	6,250	2,947	5,241	30,15
5	27,0	28,2	25,1	26,5	26,7	0,090	2,250	2,560	0,040	1,647	1,395	26,2
6	32,5	28,8	32,7	32,3	31,575	0,856	7,701	1,266	0,526	3,450	5,869	31,2
7	32,9	31,1	33,3	31,6	32,225	0,456	1,266	1,156	0,391	1,090	0,923	32,23
8	35,0	34,5	33,9	33,0	34,100	0,810	0,160	0,040	1,210	0,740	1,262	34,01
9	18,5	19,8	17,3	21,1	19,175	0,456	0,391	3,516	3,706	2,690	2,527	19,13
10	18,9	17,0	18,4	19,0	18,325	0,331	1,756	0,006	0,456	0,850	1,155	18,31
Сумма											25,195	247,14
Среднее											2,520	24,71

gost.e-ecolog.ru