МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ (МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION

(ISC)

|  |  |
| --- | --- |
| 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 | ГОСТ 13997.0– |

*(Проект ГОСТ, первая редакция)*

**МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ**

**ЦИРКОНИЙСОДЕРЖАЩИЕ**

**Общие требования к методам химического анализа**

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его утверждения

**Предисловие**

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

**Сведения о стандарте**

1 РАЗРАБОТАН Обществом с ограниченной ответственностью «Научно-технический центр «Огнеупоры» (ООО «НТЦ «Огнеупоры»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом МТК 9 «Огнеупоры»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол №\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_).

За принятие проголосовали:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004-97 | Код страны по МК (ИСО 3166) 004-97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
| Азербайджан  Армения  Беларусь  Грузия  Казахстан  Киргизия  Молдова  Россия  Таджикистан  Узбекистан | AZ  AM  BY  GЕ  KZ  KG  MD  RU  TJ  UZ | Азстандарт  ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения  Госстандарт Республики Беларусь  Грузстандарт  Госстандарт Республики Казахстан  Кыргызстандарт  Институт стандартизации Молдовы  Росстандарт  Таджикстандарт  Узстандарт |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ №\_\_\_\_\_\_\_\_\_ межгосударственный стандарт ГОСТ 13997.0\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 13997.0 – 84

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.*

*В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты».*

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

**МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ ЦИРКОНИЙСОДЕРЖАЩИЕ**

**Общие требования к методам химического анализа**

Zirconium containing refractory materials and products.

General requirements for methods of chemical analysis

**Дата введения –**

# 1 Область применения

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

# 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

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

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

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

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

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

ГОСТ 12.2.007.9 Безопасность электротермического оборудования. Часть 1. Общие требования

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

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

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

ГОСТ 1770 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

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

ГОСТ 6613 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 6709[[1]](#footnote-1)) Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 24104[[2]](#footnote-2)) Весы лабораторные. Общие технические требования

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

ГОСТ 29227 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

П р и м е ч а н и е – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации ([www.easc.by](http://www.easc.by)) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

# 3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 2642.0.

# 4 Требования безопасности

4.1 Помещения лаборатории должны быть оборудованы общеобменной приточно-вытяжной вентиляцией по 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 и по нормативным документам государств, проголосовавших за принятие настоящего стандарта[[3]](#footnote-3).

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 анализа следует применять индивидуальные средства защиты: спецодежда, перчатки и так далее, а также индивидуальные средства защиты глаз по ГОСТ 12.4.253.

4.8 Освещенность рабочих мест должна соответствовать требованиям документов, действующих на территории государства, применяющего стандарт[[4]](#footnote-4)).

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**

Лабораторная посуда по ГОСТ 1770, ГОСТ 25336.

Лабораторная посуда по ГОСТ 6563. При разложении материалов сплавлением допускается применять наряду с платиновыми тиглями и платиновые чашки.

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

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

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

Сито с сеткой по ГОСТ 6613.

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

**5.2 Отбор и подготовка проб**

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

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

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

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

Примечание – Массу считают постоянной, если разница результатов двух последовательных взвешиваний после сушки в течение 30 мин не превышает 0,001 г.

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

**6 Общие требования к приготовлению водных растворов и реактивов**

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

6.2Для приготовления водных растворов при проведении анализов применяют дистиллированную воду по ГОСТ 6709 или по нормативным документам государств, проголосовавших за принятие настоящего стандарта[[5]](#footnote-5)), деионизированную воду или другую воду, предусмотренную в стандарте на методы анализа.

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

6.4 Для фильтрования применяют беззольные фильтры по технической документации.

6.5Концентрацию растворов выражают:

- массовая концентрация, — г/дм3, г/см3, мкг/см3;

- молярная концентрация, — моль/дм3;

- массовая доля и объемная доля, — %;

- плотность, — г/см3.

6.6Если стандарт на метод анализа не содержит указания на концентрацию или разбавление кислоты или водного 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 или какого-либо раствора, вторые – объемные части воды или растворителя, используемого для разбавления.

6.8 Водные растворы реактивов должны быть отфильтрованы, если иное не указано в нормативном документе на метод испытания.

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

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

6.11Массовую концентрацию стандартных растворов, применяемых для титрования, устанавливают не менее чем по трем пробам исходного вещества и вычисляют с точностью не менее чем до четвертой значащей цифры. Допускается устанавливать массовую концентрацию стандартных растворов по стандартным образцам.

**7 Общие требования к проведению анализа**

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

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

7.3 Градуировочный график строят в системе прямоугольных координат: по оси абсцисс откладывают числовое значение концентрации или массы элемента, по оси ординат – значение аналитического сигнала. Способ и условия построения градуировочного графика (число точек, необходимое для построения графика и т.д.) указывают в конкретном стандарте на метод анализа. Допускается использовать метод сравнения аналитических сигналов пробы и стандартного раствора определяемого элемента или раствора стандартного образца. Проверку градуировочных графиков проводят периодически (не реже одного раза в квартал, а также после ремонта фотометра) по стандартным растворам.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

**8 Требования к проведению анализа и контролю качества результатов**

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

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

8.3 При проведении анализа с целью контроля погрешности среднего результата в тех же условиях проводят анализ стандартного образца не реже одного раза в смену. При проведении анализов с продолжительностью более одной смены анализ стандартного образца проводят с каждой серией проб.

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

8.5 При отсутствии стандартных образцов контроль осуществляется по стандартным растворам.

**8.2. Проверка приемлемости результатов, обработка результатов измерений**

Абсолютное расхождение полученных результатов параллельных определений при доверительной вероятности Р=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 проводят 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.

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

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

**8.4 Представление результатов измерений**

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

Результат определения () может быть приведен в полном формате

,

где U(*X*) – расширенная неопределенность при коэффициенте охвата k=2.

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

**8.5 Контроль внутрилабораторной прецизионности**

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

УДК 666.764.23:543.06:006.354 МКС 81.080

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

|  |  |
| --- | --- |
| Генеральный директор  ООО "НТЦ" Огнеупоры"  к.т.н. | Александров Б.П. |

1. ) На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018 «Вода дистиллированная. Технические условия» [↑](#footnote-ref-1)
2. ) На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания». [↑](#footnote-ref-2)
3. В Российской Федерации действует СанПиН 1.2.3685-21 «Гигиенические нормативы и требования к обеспечению безопасности и (или) безвредности для человека факторов среды обитания» [↑](#footnote-ref-3)
4. ) На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 55710 «Освещение рабочих мест внутри зданий. Нормы и методы измерений» [↑](#footnote-ref-4)
5. ) На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144 «Вода дистиллированная. Технические условия» [↑](#footnote-ref-5)