|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ**  **(ЕАСС)**  **EURO - ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION**  **(ЕАSС)** | | | | |
|  | | | | |
|  | | | |  |
| **Picture in Документ1** | | **МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ** | | **ГОСТ** |
| **30771—** |
|  |
|  | *проект ГОСТ, окончательная редакция* | | | |
|  |  | |  | |
|  |  | |  | |
|  |  | |  | |
|  |  | |  | |
| **ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ УГЛЕРОДСОДЕРЖАЩИЕ** | | | | |
|  | | | | |
| Методы контроля | | | | |
|  | | | | |
|  | | | | |
|  | | | | |
| Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его утверждения | | | | |
|  | | | | |
|  | | | | |

**Предисловие**

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены 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, 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 Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 20 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 |
|  |  |  |

4 ВЗАМЕН ГОСТ 30771—2001

*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

**ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ УГЛЕРОДСОДЕРЖАЩИЕ**

**Методы контроля**

Refractory products containing carbon.

Method of testing

Дата введения –

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на углеродсодержащие огнеупорные изделия и устанавливает методы контроля следующих показателей:

- относительное изменение массы при коксовании;

- массовой доли углерода;

- кажущейся плотности и открытой пористости;

- предела прочности при сжатии;

- предела прочности при изгибе при комнатной температуре;

- коэффициента газопроницаемости

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

[ГОСТ 12.1.019](http://docs.cntd.ru/document/5200302) Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

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

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

ГОСТ 12.4.028 Система стандартов безопасности труда. Респираторы ШБ-1 «Лепесток». Технические условия

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

*Проект ГОСТ, окончательная редакция*

ГОСТ 12.4.041 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты органов дыхания фильтрующие. Общие технические требования

ГОСТ 12.4.253 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты глаз и лица. Общие технические требования

ГОСТ 166 (ИСО 3599–76) Штангенциркули. Технические условия

ГОСТ 427 Линейки измерительные металлические. Технические условия

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

ГОСТ 2409 Огнеупоры. Метод определения кажущейся плотности, открытой и общей пористости, водопоглощения

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

ГОСТ 2642.2 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения относительного изменения массы при прокаливании

ГОСТ 2642.15 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения общего углерода

ГОСТ 3213 Кокс пековый электродный. Технические условия

ГОСТ 3399 Трубки медицинские резиновые. Технические условия

ГОСТ 4071.1 Изделия огнеупорные с общей пористостью менее 45 %. Метод определения предела прочности при сжатии при комнатной температуре

ГОСТ 4140 Реактивы. Стронций хлористый 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4207 Реактивы. Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 4234 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 5583 (ИСО 2046-73) Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия

ГОСТ 6616 Преобразователи термоэлектрические. Общие технические условия

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

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9656 Реактивы. Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 11573 Изделия огнеупорные. Метод определения коэффициента газопроницаемости

ГОСТ 22898 Коксы нефтяные малосернистые. Технические условия

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

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

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

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 следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **углеродсодержащее огнеупорное изделие:** Изделие с массовой долей углерода от 2 % до 40 % на органической или неорганической связке.

3.2 **смолосвязанное (пекосвязанное) огнеупорное изделие:** Изделие, полученное формованием огнеупорного материала определенного зернового состава с использованием в качестве связки смолы (пека) (при необходимости добавки).

3.3 **безобжиговое огнеупорное изделие:** Изделие, полученное формованием огнеупорного материала определенного зернового состава со связкой (при необходимости с добавками), приобретающее заданные свойства при температуре окружающей среды.

3.4 **термообработанное огнеупорное изделие:** Изделие, полученное формованием огнеупорного материала определенного зернового состава со связкой (при необходимости с добавками), приобретающее заданные свойства при температуре до 800 0С.

3.5 **обожженное (спеченное) огнеупорное изделие:** Огнеупорное изделие, приобретающее заданные свойства при спекании в процессе воздействия температуры выше 800 оС.

3.6 **смолопропитанное (пекопропитанное) огнеупорное изделие:** Изделие, пропитанное смолой (пеком) после формования, термообработки или обжига.

3.7 **коксование:** Процесс образования остаточного углерода при удалении летучих веществ в результате термической обработки углеродсодержащих изделий на органической связке при температуре 1000оС.

3.8 **антиоксидант:** Вещество, применяемое в качестве добавки при изготовлении углеродсодержащего изделия для повышения его устойчивости к окислению.

### 4 Требования безопасности

4.1 Эксплуатация электроустановок и электроприборов должна осуществляться в соответствии с ГОСТ 12.1.019, [ГОСТ 12.2.007.9](http://docs.cntd.ru/document/1200000278) и правилами технической эксплуатации и техники безопасности электроустановок потребителей.

4.2 При проведении испытаний изделий рабочий персонал должен применять индивидуальные средства защиты: защитные очки по ГОСТ 12.4.253, спецодежду, хлопчатобумажные перчатки и т.п. Помещение для проведения испытания должно быть оборудовано вентиляцией в соответствии с [ГОСТ 12.4.021](http://docs.cntd.ru/document/1200005274).

4.3 Общие требования безопасности при испытании изделий должны соблюдаться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.4.028 и ГОСТ 12.4.041.

# **5 Сущность методов испытаний**

Подготовка образцов на органических связках коксованием и определение физико-механических свойств и химического состава до и после коксования.

# **6 Аппаратура, инструменты и материалы**

В настоящем стандарте применяют аппаратуру, инструменты и материалы по ГОСТ 2409, ГОСТ 4071.1, ГОСТ 11573, а также приведенные в 6.1 – 6.9 и в 8.5.1.

6.1 Камера для коксования с крышкой (рисунок 1) из стали толщиной 3 мм для работы при температуре 1000 0С.

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |
|  |  |

1 – крышка; 2 – термопара в чехле; 3 – вентиляционное отверстие; 4 – скоба; 5 – отверстие для подъемного стержня; 6 – образец для испытания; 7 – коксовая засыпка; 8 – камера; 9 – отверстие для термопары

Рисунок 1 – Пример расположения образцов и размеры камеры для коксования

Допускаются другие размеры камеры и другие размеры, конфигурация и количество образцов (но не менее трех) при соблюдении толщины слоя засыпки между образцами, образцами и стенками камеры.

В крышке или в одной из боковых стенок камеры, ориентировочно в центре, высверливают отверстие для термопары в защитном корундовом чехле. Дополнительно в крышке высверливают вентиляционное отверстие диаметром 3 мм, которое должно оставаться открытым при коксовании.

При деформации камеры или крышки для герметизации камеры используют воздушно-твердеющий мертель.

Допускается уплотнять крышку с помощью песочного затвора без дополнительного высверливания вентиляционного отверстия.

6.2 Печь газовая или электрическая, способная вместить камеру для коксования и обеспечивающая подъем температуры в центре камеры:

- со скоростью 120 0С/ч до температуры 120 0С;

- 220 0С/ч – в интервале температур (120 – 990) 0С;

- изотермическая выдержка в течение 3 – 3,5 ч при температуре (990 ± 10) 0С.

Печь устанавливают в вытяжном шкафу или закрывают колпаком с аспирационным отсосом.

6.3 Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание температуры (110 ± 5) оС.

6.4 Преобразователь термоэлектрический (термопара) по ГОСТ 6616 или по технической документации в корундовом защитном чехле для измерений температур до 1000 0С.

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

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

6.7 Линейка металлическая измерительная с ценой деления 1 мм по ГОСТ 427.

6.8 Штангенциркуль по ГОСТ 166 со значением отсчета по нониусу 0,1 мм.

6.9 Кокс электродный пековый по ГОСТ 3213 или кокс малосернистый нефтяной по ГОСТ 22898, размером зерна от 0,5 до 2 мм, предварительно обожженный в течение 2 ч при температуре (1000 ± 10) 0С и хранящийся в сухом месте.

# **7 Образцы для испытаний**

7.1. Форма и размеры образцов приведены в таблице 1.

Таблица 1 - Форма и размеры образцов

| Наименование  показателя | Форма и размеры  образца | Испытуемое изделие |
| --- | --- | --- |
| Относительное изменение массы при коксовании | Куб длиной ребра (50 ± 2) мм или цилиндр диаметром и высотой (50 ± 2) мм | Термообработанное на органической связке, смоло(пеко)-пропитанное, безобжиговое |
| Массовая доля углерода | - | Все изделия |

*Окончание таблицы 1*

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Наименование  показателя | Форма и размеры  образца | Испытуемое изделие |
| Кажущаяся плотность | Призма или цилиндр объемом от 50 до 200 (250) см3. Допускается прямоугольный параллелепипед объемом не менее 500 см3 и наименьшим размером не менее 50 мм | Обожженное, безобжиговое, термообработанное (до и после коксования) |
| Открытая пористость | Призма или цилиндр объемом от 50 до 200 (250) см3 |
| Предел прочности при сжатии | Цилиндр диаметром и высотой 50 или 36 мм; куб длиной ребра от 20 до 100 мм с допускаемым отклонением всех размеров ± 2 мм |
| Предел прочности при изгибе при комнатной температуре | Прямоугольный параллелепипед с размерами (150×25×25) мм с допускаемыми отклонениями размеров ± 0,5 мм. Допускается использовать образцы толщиной 20 – 25 мм |
| Коэффициент газопроницаемости | Цилиндр диаметром и высотой (50 ± 0,5) мм или (36 ± 0,5) мм и высотой (50 ± 0,5) мм. Допускается использовать образцы толщиной не менее 20 мм или куб длиной ребра (50 ± 2) мм | Все изделия, в том числе безобжиговое и термообработанное на органической связке (после коксования) |

7.2. Подготовка образцов

7.2.1 Образцы для испытаний изготавливают в соответствии с требованиями ГОСТ 2409, ГОСТ 4071.1, ГОСТ 11573 и 8.5.1 со следующими дополнениями:

- допускается вырезать (высверливать, отсекать) образец перпендикулярно к трем осям изделия;

- после применения режущего инструмента с водяным охлаждением образец высушивают до постоянной массы при температуре (110 ± 5) 0С в сушильном шкафу с вентиляцией или струей теплого воздуха в течение 1 часа. Массу считают постоянной, если результаты двух последующих взвешиваний отличаются не более, чем на 0,5 %;

- температура образца из смолосвязанного (пекосвязанного) изделия не должна превышать 40 0С;

- образец из гидратирующегося изделия для испытаний при комнатной температуре, который можно вырезать только с применением воды, не должен находиться в контакте с водой более 30 мин при условии отсутствия гидратации в течении этого времени;

- образец из безобжигового изделия (кроме пекосвязанного и смолосвязанного) вырезают сухим способом или применяют жидкость, не взаимодействующую с материалом образца. Испытания пекосвязанных и смолосвязанных изделий допускается проводить на образцах-свидетелях, изготовленных одновременно с изделиями по аналогичной технологии.

7.2.2 Коксование образцов

7.2.2.1 Подготовка камеры для коксования

Дно камеры для коксования покрывают слоем кокса, на который устанавливают предварительно взвешенные образцы (m1) на одинаковом расстоянии от стенок камеры, при этом толщина слоя кокса между образцами и стенками должна быть не менее 25 мм. При необходимости в промежутках помещают распорки заданного размера и аналогичного с образцами химико-минералогического состава. Затем образцы засыпают слоем кокса толщиной около 25 мм (см. рисунок 1).

Камеру закрывают крышкой и устанавливают термопару.

7.2.2.2 Проведение коксования

Камеру для коксования устанавливают в печь. Нагревают печь по режиму, указанному в 6.2. Длительность изотермической выдержки при температуре (990 ± 10) 0С – 3,0 – 3,5 ч.

Камеру охлаждают в печи. Образцы извлекают из камеры, очищают от налипшего кокса щеткой или, при необходимости, металлическим скребком и взвешивают с точностью до 0,2 г (m2). Образцы после коксования проверяют на соответствие требованиям ГОСТ 2409, ГОСТ 4071.1, ГОСТ 11573 и 8.5.1.

# **8 Порядок проведения испытаний**

**8.1** **Определение относительного изменения массы при коксовании**

Относительное изменение массы при коксовании mкокс, %, вычисляют по формуле

(1)

где m1 – масса образца до коксования, г;

m2 – масса образца после коксования, г.

**8.2 Определение массовой доли углерода**

Массовую долю углерода определяют по ГОСТ 2642.15 (кулонометрический или инфракрасно-абсорбционный методы) или гравиметрическим (относительное изменение массы при прокаливании) методом по 8.2.1.

8.2.1 Гравиметрический метод (определение относительного изменения массы при прокаливании)

8.2.1.1 Сущность метода

Метод основан на прокаливании анализируемой пробы при заданной температуре до постоянной массы и определении изменения ее массы.

Метод не распространяется на изделия, содержащие антиоксиданты, оксид железа (III) в количестве более 1,5 %, а также материалы (например, известь), реагирующие с атмосферой воздуха.

8.2.1.2 Относительное изменение массы при прокаливании безобжиговых, термообработанных и коксованных изделий (кроме указанных в 8.2.1.1) определяют по ГОСТ 2642.2.

Допускается определять относительное изменение массы при прокаливании (массовую долю остаточного углерода) коксованных изделий следующим образом.

Образец в форме куба стороной (50 ± 2) мм, взвешенный после коксования по 7.2.2 с точностью до 0,2 г, помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы высокоглиноземистый тигель вместимостью 300 см3.

Тигель с образцом устанавливают в печь, обеспечивающую нагрев до температуры 1000 оС со скоростью 250 оС/ч и изотермическую выдержку не менее 12 ч в атмосфере воздуха. Нагревают по указанному режиму с выдержкой при температуре 1000 оС всех изделий с массовой долей углерода от 2 % до 40 % не менее 12 ч, охлаждают вместе с печью и до взвешивания хранят в эксикаторе.

Процедуру повторяют до достижения постоянной массы.

Массовую долю остаточного углерода Wc, %, вычисляют по формуле

(2)

где m2 – масса образца после коксования, г;

m3 – масса образца после прокаливания, г.

Выход углерода mвых, %, вычисляют по формуле

(3)

где m2 – масса образца после коксования, г;

m3 – масса образца после прокаливания, г;

m1 – масса образца до коксования, г.

**8.3 Определение кажущейся плотности и открытой пористости**

8.3.1 Кажущуюся плотность и открытую пористость определяют по ГОСТ 2409.

8.3.2 Допускается определять кажущуюся плотность на образцах в форме прямоугольного параллелепипеда объемом не менее 500 см3 и наименьшим размером не менее 50 мм измерением массы и расчетом объема по линейным размерам образца.

8.3.2.1 Образец (без отбитостей углов и ребер) кривизной не более 2 мм высушивают до постоянной массы при температуре (110 ± 5) оС и взвешивают с погрешностью, не превышающей ± 0,5 г.

С помощью металлической линейки или штангенциркуля проводят по два измерения с погрешностью, не превышающей ± 0,5 мм длины, ширины и высоты образца на расстоянии не менее 10 мм от его кромок. Вычисляют средние арифметические значения.

Кажущуюся плотность , г/см3 вычисляют по формуле

(4)

где m – масса изделия или образца, г;

V – расчетный объем изделия или образца, см3.

**8.4 Определение предела прочности при сжатии**

8.4.1 Предел прочности при сжатии определяют по ГОСТ 4071.1 с дополнениями по 8.4.1.1.

8.4.1.1 Образец из безобжигового смолосвязанного (пекосвязанного) изделия хранят и испытывают при комнатной температуре.

Образец из изделия, содержащего антиоксиданты, которые образуют гидратирующиеся карбиды, испытывают в течение часа после извлечения из камеры коксования.

**8.5 Определение прочности при изгибе при комнатной температуре**

8.5.1 Предел прочности при изгибе при комнатной температуре определяют по документам, действующим на территории государства, применяющего стандарт[[3]](#footnote-3)), с дополнением по 8.5.1.1.

8.5.1.1 Требования к условиям испытания для образцов из безобжигового смолосвязанного (пекосвязанного) изделий, а также изделий с антиоксидантами аналогичные 8.4.1.1.

**8.6 Определение коэффициента газопроницаемости**

8.6.1 Коэффициент газопроницаемости определяют по ГОСТ 11573 с дополнением по 8.6.1.1.

8.6.1.1 Испытания проводят на образцах (см. таблицу 1), подвергнутых коксованию. Образцы из изделий с антиоксидантами испытывают в течение часа после извлечения из камеры коксования.

# **9 Протокол испытания**

9.1 Протокол испытания оформляют по правилам, установленным в стандарте, регламентирующем использованный метод с дополнением по 9.1.1.

9.1.1 В протоколе дополнительно указывают, что определение проводили на образце после коксования.

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

УДК 666.762.81:006.354 МКС 81.080

Ключевые слова: углеродсодержащее огнеупорное изделие, методы испытаний, коксование образцов

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

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

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. ) На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 50526 «Огнеупоры. Метод определения предела прочности при изгибе при комнатной температуре». [↑](#footnote-ref-3)