Группа И24

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИЗДЕЛИЯ ВЫСОКООГНЕУПОРНЫЕ КАРБИДКРЕМНИЕВЫЕ

Технические условия

ГОСТ 10153—70

High-refractory silicon carbide products. Specifications

МКС 81.080
ОКП 15 9200

Дата введения 01.07.71

Настоящий стандарт распространяется на высокоогнеупорные карбидкремниевые изделия на кремнеземистой, алюмосиликатной и нитридной связках.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. МАРКИ

1.1. Карбидкремниевые изделия в зависимости от типа связки выпускаются следующих марок:

КК — карбидкремниевые изделия на кремнеземистой связке;

ККУ — карбидкремниевые изделия на кремнеземистой связке улучшенные;

КА — карбидкремниевые изделия на алюмосиликатной связке;

КАУ — карбидкремниевые изделия на алюмосиликатной связке улучшенные;

КН — карбидкремниевые изделия на нитридной связке.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2. ФОРМА И РАЗМЕРЫ

2.1. Форма и размеры карбидкремниевых изделий должны соответствовать нормативно-технической документации на огнеупорные изделия или чертежам заказчика, согласованным с предприятием-изготовителем.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

3.1. По физико-химическим показателям изделия должны соответствовать требованиям, указанным в табл. 1.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

Таблица 1

Наименование показателя	Норма для изделия марки				
	ККУ	КАУ	КН	КК	КА
1. Массовая доля SiC, %, не менее	85	82	70	83	82
2. Массовая доля Al_2O_3, %, не более	1,2	3,0	—	1,2	3,0
3. Массовая доля N_2, %, не менее	—	—	7	—	—
4. Массовая доля Si (свободный), %, не более	—	—	1,5	—	—
5. Пористость открытая, %, не более	23	20	19	24	22
6. Предел прочности при сжатии, Н/мм^2, не менее	30	50	100	25	40
7. Температура начала размягчения, °С, не ниже	1700	1500	1500	1700	1500
8. Коэффициент газопроницаемости, мкм, не более	0,025	Не нормируется		0,025	Не нормируется

Примечание. Для изделий марки КА, изготовленных пневмотрамбованием, предел прочности при сжатии допускается не менее 30 Н/мм^2.

Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.2. Изделия по показателям внешнего вида должны соответствовать требованиям, указанным в табл. 2.

Таблица 2

мм

Наименование показателя	Норма для изделия марки		
	КК, ККУ	КА, КАУ	КН
1. Кривизна для изделий размером, не более:			
до 160 включ.	2	2	1
св. 160 » 400 »	2	2	2
» 400 » 600 »	4	4	3
» 600 » 800 »	4	5	3
» 800	7	5	3
2. Отбитость углов и ребер глубиной, не более	5	5	5
3. Отдельные выплавки диаметром, не более	4	4	3
4. Длина отдельных посечек шириной св. 0,3 до 0,5 включ., не более	50	40	15
5. Трещины шириной св. 0,5	Не допускаются		

Примечание. Суммарная длина отбитостей ребер не должна превышать 20 % общей длины ребер.

3.3. Предельные отклонения по размерам должны соответствовать требованиям, указанным в табл. 3.

Таблица 3*

Размер	Предельное отклонение, %, для изделия марки		
	КК, ККУ	КА, КАУ	КН
До 100 мм включ.	±1,5	±1,5	±1,5
Св. 100 до 400 мм включ.	±2,0	±1,5	±1,0
Св. 400 мм	±2,0	±2,5	±1,5
Диаметр	±4,0	±3,0	±4,0

Примечание. Для плит марок КА и КАУ предельные отклонения по толщине изделия не должны превышать ±1,0 мм. Для изделий марок КА и КК норма по предельному отклонению размера толщины стенки устанавливается ±2,0 мм для изделий марок КАУ, ККУ и КН — не более ±2,0 %.

3.4. Изделия в изломе должны иметь однородное строение. Не допускаются пустоты, трещины и сердцевина, отличающаяся более темной окраской. В изделиях толщиной более 40 мм допускается по согласованию изготовителя с потребителем наличие темной сердцевины.

* Табл. 4 **(Исключена, Изм. № 3).**

3.2—3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

3.5. **(Исключен, Изм. № 2).**

3а. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3а.1. Правила приемки — по ГОСТ 8179 с применением плана контроля номер 1 и с дополнениями, указанными в пп. 3а1.1., 3а.1.2.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3а1.1. Масса партии для изделий марок КК, ККУ, КА, КАУ с толщиной стенки менее 40 мм устанавливается не более 15 т, для других изделий этих марок — не более 25 т; масса партии для изделий марки КН устанавливается не более 10 т.

3а.1.2. При проверке соответствия качества изделий требованиям настоящего стандарта проводят приемосдаточные испытания:

внешний вид и размеры, строение в изломе, открытую пористость, предел прочности при сжатии, коэффициент газопроницаемости проверяют в каждой партии;

массовую долю Al_2O_3 проверяют в каждой второй партии;

температуру начала размягчения проверяют в каждой десятой партии;

массовую долю SiC для изделий марок КК, ККУ, КА, КАУ определяют в каждой второй партии;

массовую долю N_2, Sicb и SiC для изделий марки КН определяют в каждой партии.

Разд. 3а. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

4. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

4.1, 4.2. **(Исключены, Изм. № 2).**

4.3. Отбор образцов для освидетельствования и лабораторных испытаний производят по ГОСТ 8179.

4.4. **(Исключен, Изм. № 3).**

4.5. Определение массовой доли SiC в изделиях марок КК, ККУ, КА, КАУ — по ГОСТ 26564.1.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.5а. **(Исключен, Изм. № 3).**

4.5а.1. Определение массовой доли азота (N_2) проводят в соответствии с приложением 1.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.5а.2. Определение массовой доли свободного кремния проводят по ГОСТ 26564.4.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.5а.3. Определение массовой доли карбида кремния в изделиях марки КН проводят по методике, приведенной в приложении 2.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.6. Массовую долю Al_2O_3 определяют по ГОСТ 2642.4.

Допускается применение других методов определения массовой доли карбида кремния, азота и свободного кремния, обеспечивающих точность определения, установленную ГОСТ 26564.1, ГОСТ 26564.4 и методиками, приведенными в приложениях.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.7. Открытую пористость определяют по ГОСТ 2409.

4.8. Предел прочности при сжатии определяют по ГОСТ 4071.1, ГОСТ 4071.2.

4.9. Температуру начала деформации под нагрузкой определяют по ГОСТ 4070.

4.10. Коэффициент газопроницаемости определяют по ГОСТ 11573.

4.7—4.10. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.11. Для фасонных изделий особо сложной конфигурации массой свыше 20 кг, а также для изделий, конфигурация и размеры которых не позволяют вырезать из них образцы в соответствии с требованиями ГОСТ 4071.1, ГОСТ 4071.2, ГОСТ 4070 и ГОСТ 11573 допускается необходимые для испытаний кубики и цилиндры (образцы-свидетели) изготовлять по той же технологии и из тех же масс, что и изделия данной партии.

Допускается при изготовлении фасонных изделий на фрикционных прессах и методом виброформования кубики и цилиндры для испытаний формовать на гидравлическом прессе.

Допускается для плит результатом определения открытой пористости и предела прочности при сжатии каждой плиты считать среднеарифметическое значение трех определений, проведенных на образцах, отобранных из середины и двух диаметрально противоположных углов плиты.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.12. Глубину отбитости углов ребер определяют по ГОСТ 15136.

4.13. Кривизну изделий определяют на поверочной плите по ГОСТ 10905 или аттестованной в установленном порядке металлической плите щупом шириной 10 мм и толщиной, превосходящей на 0,1 мм установленную норму кривизны. Щуп не должен входить в зазор между плитой и изделием. При определении кривизны изделие слегка прижимают к плите и щуп вводят в зазор скольжением по плите без применения усилия.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.14. Диаметр выплавок замеряют в месте максимальной ширины выплавки металлической линейкой (ГОСТ 427) с ценой деления 1 мм.

4.15 Ширину посечек и трещин (наружных и в изломе) определяют при помощи измерительной лупы (ГОСТ 25706). Измерительную лупу располагают таким образом, чтобы ее шкала была перпендикулярна к посечке. Между измерительной шкалой и поверхностью изделия помещают полоску белой бумаги, которую располагают вдоль шкалы вплотную к ее делениям. Ширину посечки или трещины определяют в месте ее максимальной величины.

Длину посечек и трещин измеряют металлической линейкой (ГОСТ 427) с ценой деления 1 мм.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.16. Проверку размеров изделий производят мерительным инструментом, обеспечивающим необходимую точность измерения.

4.17. Строение изделий в изломе (пустоты, трещины, сердцевина) определяется визуально. Поверхность излома получают приложением ударной нагрузки.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.18. **(Исключен, Изм. № 2).**

5. МАРКИРОВКА, УПАКОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Маркировка, упаковка, транспортирование и хранение — по ГОСТ 24717.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

5.1.а. Транспортная маркировка груза осуществляется по ГОСТ 14192 с нанесением на грузовые места манипуляционного знака «Хрупкое. Осторожно».

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

5.2. Особо сложные, тонкостенные и малогабаритные изделия должны быть упакованы в деревянные ящики типов I, II—1, II—2, III—1 по ГОСТ 2991.

При упаковке в ящики изделия должны быть пересыпаны мягким материалом (соломой, древесной стружкой, опилками и т. п.).

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

5.2а, 5.2б. **(Исключены, Изм. № 3).**

5.3, 5.4. **(Исключены, Изм. № 1).**

5.5. **(Исключен, Изм. № 3).**

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Рекомендуемое

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ АЗОТА

Метод предназначен для карбидкремниевых высокоогнеупорных изделий на связке из нитрида кремния с массовой долей азота от 5 до 15 %.

Метод измерения массовой доли азота основан на разложении пробы материала сплавлением с гидроксидом натрия, отгонки и улавливания выделяющегося аммиака раствором борной кислоты с последующим его определением титриметрическим методом.

1. Общие требования

1.1. Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 2642.0—86.

1.2. Применяемые реактивы должны иметь квалификацию не ниже ч.д.а.

1.3. Взвешивание навески пробы и навески материалов, используемых для приготовления стандартных растворов, проводят на лабораторных весах общего назначения по ГОСТ 24104* не ниже 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания до 200 г или любых других весах, отвечающих указанным требованиям по своим метрологическим характеристикам.

Результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

1.4. Массовую долю азота в пробе определяют параллельно в двух навесках. При разногласиях в оценке качества изделий анализ проводят параллельно в трех навесках.

Одновременно с проведением анализа в тех же условиях проводят контрольные опыты для внесения в результат анализа поправки, учитывающей массовую долю азота в реактивах. Количество контрольных опытов должно соответствовать количеству параллельных определений при анализе пробы.

При проведении химического анализа с целью контроля суммарной погрешности среднего результата определений с каждой партией анализируемых проб в тех же условиях проводят анализ стандартного образца. Для контроля выбирают стандартный образец, химический состав которого не должен отличаться от состава анализируемой пробы настолько, чтобы потребовалось изменить методику проведения анализа. При отсутствии стандартного образца контроль осуществляют методом добавки или другими методами.

За результат анализа пробы или стандартного образца принимают среднеарифметическое значение результатов параллельных определений с учетом среднеарифметического значения результатов параллельных определений при проведении контрольных опытов.

Погрешность результата анализа при доверительной вероятности 0,95 не должна превышать предела Δ, приведенного в табл. 5, при выполнении следующих условий:

расхождение результатов двух (трех) параллельных определений не должно превышать при доверительной вероятности 0,95 значения d_2 (d_3), приведенного в табл. 5;

воспроизведенное в стандартном образце значение массовой доли азота не должно отличаться от аттестованного более чем на допускаемое (при доверительной вероятности 0,85) значение δ, приведенное в табл. 5.

Таблица 5

%

Массовая доля азота	Погрешность результатов анализа Δ	Допускаемое расхождение			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях $d_к$	двух параллельных определений d_2	трех параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца и аттестованного значения δ
От 5 до 10 включ.	0,3	0,4	0,3	0,4	0,2
Св. 10 до 15 включ.	0,5	0,6	0,5	0,6	0,3

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

При невыполнении одного из вышеуказанных условий проводят повторные измерения массовой доли азота. Если и при повторных измерениях требования к точности результатов не выполняются, результаты анализа признаются неверными, измерения прекращаются до выявления и устранения причин, вызвавших нарушение нормального хода анализа.

Расхождение двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях (например при внутрилабораторном контроле воспроизводимости) не должно превышать при доверительной вероятности 0,95 значения $d_к$, приведенного в табл. 5.

2. Аппаратура, реактивы и растворы

Печь муфельная с нагревом до температуры 500 °С.

Тигельная электропечь с терморегулятором типа ТГ-02Б с нагревом до температуры 800 °С.

Аргон газообразный высший сорт по ГОСТ 10157.

Редуктор углекислый или кислородный.

Термоэлектрический преобразователь типа ТХА в комплекте с электронным потенциометром класса 0,5.

Тигли корундовые размером: высота — 40 мм, диаметр наружный — 20—22 мм, толщина стенки — 1,5 мм.

Пробирка корундовая размером: высота — 220 мм, диаметр наружный — от 38 до 40 мм, диаметр внутренний — 32 до 33 мм, толщина стенки — 3 мм.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч.,

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., раствор молярной концентрации эквивалента 0,1 моль/дм^3 или фиксанал.

Кислота борная, ос.ч. 14—3 или х.ч. по ГОСТ 9656, раствор с массовой концентрацией 2 г/см^3.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Индикатор смешанный № 1; спиртовой раствор метилового красного с массовой концентрацией 0,1 г/см^3 смешивают в соотношении 3 : 1 со спиртовым раствором метилового синего с массовой концентрацией 0,1 г/см^3.

Индикатор смешанный № 2: спиртовой раствор бром-крезолового зеленого с массовой концентрацией 0,1 г/см^3 смешивают в соотношении 3:1 со спиртовым раствором метилового красного с массовой концентрацией 0,2 г/см^3.

Растворы индикаторов сохраняют в сосудах из темного стекла.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 500 и 100 см^3.

Посуда химическая лабораторная по ГОСТ 29227, ГОСТ 29251.

Трубки медицинские резиновые по ГОСТ 3399 с внутренним диаметром 8—10 мм.

Пробки резиновые конусные размером 30—32 мм.

Меры массы общего назначения и образцовые по ГОСТ 7328.

Щипцы металлические с прямыми концами.

Кремния нитрид.

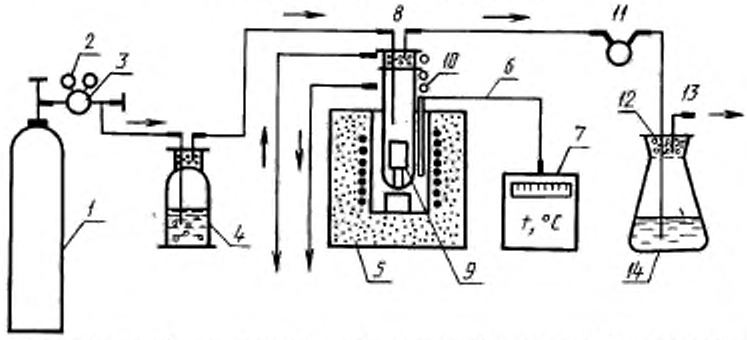
Аммоний фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 3771.

Квасцы алюмоаммонийные по ГОСТ 4238.

3. Проведение анализа

Схема установки для выполнения измерений массовой доли азота приведена на чертеже.

Схема установки для определения азота в карбидкремниевых огнеупорах на связках из нитрида и оксинитрида кремния



1 — баллон с аргоном; *2* — редуктор; *3* — игольчатый кран; *4* — промывной сосуд с дистиллированной водой; *5* — тигельная печь с терморегулятором; *6* — термоэлектрический преобразователь (термопара); *7* — электронный потенциометр (милливольтметр); *8* — корундовая пробирка с выводной и отводной трубкой; *9* — тигель; *10* — холодильник; *11* — стеклянная ловушка; *12* — барботер; *13* — отводная трубка для выхода газа-носителя; *14* — поглотительный сосуд

3.1. Включают тигельную электрическую печь, доводят ее разогрев до температуры (550±50) °С.

3.2. Помещают 2—3 г гидроксида натрия в корундовый тигель и плавят при температуре (450±50) °С в открытой муфельной печи до прекращения выделения пузырьков (спокойная поверхность расплавленной щелочи означает полное обезвоживание ее). На остывшую до комнатной температуры поверхность щелочи помещают навеску массой 0,2 г и добавляют около 1 г гидроксида натрия. Тигель при помощи щипцов с прямыми концами помещают в корундовую пробирку, закрывают тигель керамической или металлической крышкой с отверстиями.

3.3. В коническую колбу вместимостью 250—300 см^3 наливают 150 см^3 раствора борной кислоты, 1 см^3 смешанного индикатора № 1 или № 2, закрывают колбу пробкой с барботером и отводной трубкой и соединяют резиновой трубкой через ловушку барботер с отводной трубкой в пробке корундовой пробирки.

3.4. Корундовую пробирку закрывают пробкой с отводной трубкой и трубкой для подачи газа-носителя. Включают водяное охлаждение верхней части пробирки, благодаря чему практически исключается возможность подгорания пробы и связанного с этим нарушения герметизации системы. Включают подачу аргона — газа-носителя со скоростью 2—3 пузырька в секунду.

3.5. Плотно закрытую пробирку с тиглем и пробой материала помещают в тигельную электрическую печь, нагретую до температуры (550±50) °С.

3.6. Начало выделения аммиака отмечают по изменению цвета индикатора из красно-фиолетового в зеленый. Время отгонки аммиака и поглощения его раствором борной кислоты 40—45 мин. Если в ловушке конденсируется вода, то прежде чем отсоединить колбу-поглотитель, легким пламенем горелки доводят воду в ловушке до кипения, чтобы избежать потерь аммиака, частично поглощенного конденсатором.

3.7. Титруют раствор аммиака в поглотительном сосуде раствором соляной кислоты 0,1 моль/дм^3 до перехода зеленой окраски в красно-фиолетовую (индикатор № 1) или зеленой — в винно-красную (индикатор № 2).

Окраска смешанных индикаторов в точке эквивалентности изменяется, переходя через серый цвет.

4. Обработка результатов

4.1. Массовую долю азота (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}0014007 \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование раствора аммиака, см^3;

V_2 — объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см^3;

0,0014007 — массовая доля азота, соответствующая 1 см^3 0,1 моль/дм^3 раствора соляной кислоты, г;

m — масса навески пробы, г.

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли азота приведены в табл. 5.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Рекомендуемое

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ КАРБИДА КРЕМНИЯ

Метод предназначен для карбидкремниевых огнеупорных материалов и изделий, карбид кремния технический, материалы и изделия высокоогнеупорные, карбидкремниевые на связке из нитрида и оксинитрида кремния в диапазоне от 50 до 95 %.

Метод основан на окислении углерода в токе кислорода по двуокиси с последующим автоматическим кулонометрическим титрованием по величине pH.

Массовую долю карбида кремния находят по корреляционной зависимости от массовой доли связанного углерода.

Общий углерод определяют при температуре (1200±25) °С, используя в качестве плавня окись свинца (II) или при температуре (1050±25) °С, используя смесь для сплавления.

Свободный углерод определяют при температуре (900±25) °С.

1. Общие требования

1.1. Отбор и подготовку проб для анализа проводят по ГОСТ 2642.0.

1.2. Применяемые реактивы должны иметь квалификацию не ниже ч.д.а.

1.3. Массовую долю углерода в пробе определяют параллельно в двух навесках.

При разногласиях в оценке качества изделий анализ проводят параллельно в трех навесках.

Одновременно с проведением анализа в тех же условиях проводят контрольные опыты для внесения в результат анализа поправки, учитывающей массовую долю азота в реактивах.

При проведении химического анализа с целью контроля суммарной погрешности среднего результата с каждой партией анализируемых проб в тех же условиях проводят анализ стандартного образца. Для контроля выбирают стандартный образец, химический состав которого не должен отличаться от состава анализируемой пробы настолько, чтобы потребовалось изменить методику проведения анализа.

За результат анализа пробы или стандартного образца принимают среднеарифметическое значение результатов параллельных определений с учетом среднеарифметического значения результатов параллельных определений при проведении контрольных опытов.

Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности 0,95) не должна превышать предела Δ, приведенного в табл. 6, при выполнении следующих условий:

расхождение результатов двух (трех) параллельных измерений не должно превышать (при доверительной вероятности 0,95) значения d_2 (d_3), приведенного в табл. 5;

воспроизведенное в стандартном образце значение массовой доли карбида кремния не должно отличаться от аттестованного более чем на допускаемое (при доверительной вероятности 0,85) значение δ, приведенное в табл. 6.

Таблица 6

%

Массовая доля карбида кремния	Погрешность результатов анализа Δ	Допускаемое расхождение			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях $d_к$	двух параллельных определений d_2	трех параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца и аттестованного значения δ
От 50 до 95 включ.	0,5	0,6	0,5	0,6	0,3

При невыполнении одного из вышеуказанных условий проводят повторные измерения массовой доли углерода. Если и при повторных измерениях требования к точности результатов не выполняются, результаты анализа признаются неверными, измерения прекращаются до выявления и установления причин, вызвавших нарушение нормального хода анализа.

Расхождение двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях, не должно превышать при доверительной вероятности 0,95 значения $d_к$, приведенного в табл. 6.

2. Аппаратура, реактивы и растворы

Экспресс-анализатор на углерод типа АН-7529 или другого типа, не уступающего ему по точности.

Состав анализатора, устройства сжигания в соответствии с техническим описанием и паспортом, приложенным к анализатору.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания до 200 г или любые другие весы, отвечающие указанным требованиям по своим метрологическим характеристикам.

Набор гирь Г-2—210 по ГОСТ 7328*.

Секундомер по ТУ 25—1819.0021, ТУ 25—1894.003.

Посуда мерная лабораторная стеклянная.

Цилиндры, мензурки по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислород газообразный технический по ГОСТ 5583.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Калий железистосинеродистый 3-водный по ГОСТ 4207.

Стронций хлористый 6-водный по ГОСТ 4140.

Гидропирит медицинский.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Аскарит.

Свинец (II) окись.

Медь металлическая.

Трубка огнеупорная муллитокремнеземистая, длина 550—850 мм, наружный диаметр (25,0±10,0) мм.

Лодочки ЛС2 по ГОСТ 9147.

Трубка резиновая тип 3 диаметр 6 мм по ГОСТ 3399.

Пинцет.

3. Подготовка к проведению анализа

3.1. Приготовление растворов, реактивов

3.1.1. Вспомогательный раствор: 100 г калия хлористого, 100 г калия железистосинеродистого, 1 г борной кислоты растворяют в 1 $дм^3$ дистиллированной воды.

3.1.2. Поглотительный раствор: 100 г калия хлористого, 100 г стронция хлористого, 1 г борной кислоты растворяют в 1 $дм^3$ дистиллированной воды.

3.1.3. Оксид свинца (II), х.ч., прокаливают при температуре 730—750 °С в муфельной печи.

3.1.4. Смесь для сплавления: 440 г оксида свинца смешивают с 70 г оксида бора (III), полученного путем обезвоживания борной кислоты при температуре (1300±50) °С.

3.2. Лодочки перед проведением анализа прокаливают в токе кислорода при рабочей температуре. Прокаливание лодочки проводят до тех пор, пока счет на индикаторе «%С» не снизится до уровня «холостого счета» При обращении с лодочкой применяют пинцет.

3.3. Подготовка анализатора к работе — согласно инструкции по эксплуатации.

3.4. Градуировку анализатора проводят по стандартным образцам.

Для проверки правильности градуировки прибора проводят определение массовой доли углерода в двух-трех навесках стандартного образца.

4. Проведение анализа

4.1. Навеску пробы 0,1 г помещают в предварительно прокаленную фарфоровую лодочку и тщательно перемешивают с десятикратным количеством окиси свинца (II) или смеси для сплавления. Лодочки с навесками до выполнения измерений сохраняют в эксикаторе.

После подготовки прибора к работе открывают затвор трубки и вдвигают лодочку с навеской в трубку с помощью крючка до тех пор, пока торец лодочки не станет ярко освещенным, что свидетельствует о попадании лодочки в рабочую зону печи. Закрывают затвор, нажимают кнопку «сброс» на измерительном блоке. Указатели стрелочных индикаторов измерительного блока при этом отклоняются вправо примерно на $^2/_3$ шкалы. По мере выгорания углерода интенсивность измерения показаний индикатора «%С» уменьшается, а затем, приобретает характер импульсов уменьшающейся длительности. Такой же импульсный характер приобретают и показания стрелочных индикаторов, которые устанавливаются в нулевое положение после окончания горения навески, продолжительность которого составляет 10—12 мин, цифровые показания индикатора «%С»

---

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 7328—2001.

изменяются на величину холостого счета прибора. Отсчет показаний по индикатору «%С» проводят после окончания горения навески.

Контрольный опыт проводят с соответствующим количеством применяемого плавня, повторяют измерения три раза и вычисляют среднее значение массовой доли углерода в контрольном опыте.

4.2. Определение массовой доли свободного углерода

Массовую долю свободного углерода определяют на той же установке.

Из предварительно прокаленной лодочки берут навеску пробы массой 0,5 г, сжигают в токе кислорода при температуре (900±28) °С без плавня в течение 10 мин, записывая показания прибора каждую минуту. По полученным данным строят график в координатах: время в минутах — показания прибора в процентах углерода. Для последних точек кривая переходит в прямую линию. Продолжение до точки пересечения с осью ординат соответствует истинному содержанию свободного углерода в пробе.

5. Обработка результатов

5.1. Массовую долю карбида кремния (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = (X_2 - X_к) \cdot f - X_3 \cdot 3{,}34,$$

где X_2 — массовая доля общего углерода, %;

$X_к$ — массовая доля углерода в контрольном опыте, %;

$f = 5$ — коэффициент перехода к номинальной навеске (0,5 г);

X_3 — массовая доля свободного углерода, %;

3,34 — коэффициент пересчета углерода на карбид кремния.

5.2. Нормы точности и нормативы контроля точности измерений массовой доли карбида кремния приведены в табл. 6.

ПРИЛОЖЕНИЯ 1, 2. **(Введены дополнительно, Изм. № 3).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 12.06.70 № 888

3. ВЗАМЕН ГОСТ 10153—62

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, приложения	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, приложения
ГОСТ 427—75	4.14; 4.15	ГОСТ 6709—72	Приложение 2
ГОСТ 1770—74	Приложение 1	ГОСТ 7328—82	Приложение 2
	Приложение 2	ГОСТ 8179—98	3а; 1.4.3
ГОСТ 2409—95	4.7	ГОСТ 9147—80	Приложение 2
ГОСТ 2642.0—86	Приложение 1	ГОСТ 9656—75	Приложение 1
	Приложение 2	ГОСТ 10157—79	Приложение 1
ГОСТ 2642.4—97	4.6	ГОСТ 10905—86	4.13
ГОСТ 2991—85	5.2	ГОСТ 11573—98	4.10; 4.11
ГОСТ 3118—77	Приложение 1	ГОСТ 14192—96	5.1а
ГОСТ 3399—76	Приложение 2	ГОСТ 15136—78	4.12
ГОСТ 3771—74	Приложение 1	ГОСТ 18300—87	Приложение 1
ГОСТ 4070—2000	4.9; 4.11	ГОСТ 24104—88	Приложение 1
ГОСТ 4071.1—94	4.8; 4.11	ГОСТ 24717—94	5.1; 5.2
ГОСТ 4071.2—94	4.8; 4.11	ГОСТ 25706—83	4.15
ГОСТ 4140—74	Приложение 2	ГОСТ 26564.1—85	4.5
ГОСТ 4207—75	Приложение 2	ГОСТ 26564.4—85	4.5а.2; 4.6
ГОСТ 4234—77	Приложение 2	ГОСТ 29227—91	Приложение 1
ГОСТ 4238—77	Приложение 2	ГОСТ 29251—91	Приложение 1
ГОСТ 4328—77	Приложение 1	ТУ 25—1819.0021—90	Приложение 2
ГОСТ 5583—78	Приложение 2	ТУ 25—1894.003—90	Приложение 2

5. Снято ограничение срока действия по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

6. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в декабре 1979 г.; Пост. № 4879 от 19.12.79, декабре 1984 г., в сентябре 1989 г. (ИУС 2—80, 4—85, 1—90)

gost.e-ecolog.ru