Группа И29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ КАРБИДКРЕМНИЕВЫЕ

Метод определения свободного кремния

ГОСТ 26564.4—85

Silicon carbide refractory materials and products.
Determination of free silicon

МКС 81.080
ОКСТУ 1509

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 июня 1985 г. № 1837 дата введения установлена

01.07.86

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает газообъемный метод определения свободного кремния в огнеупорных карбидкремниевых материалах и изделиях (при массовой доле от 0,3 до 3 %).

Метод основан на измерении объема водорода, выделяющегося при взаимодействии свободного кремния с раствором гидроокиси натрия, эквивалентного массовой доле свободного кремния.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4556—84.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 26564.0—85.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ

Кальциметр — установка для определения объема выделившегося водорода. Схема установки приведена на чертеже.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей гидроокиси 25 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

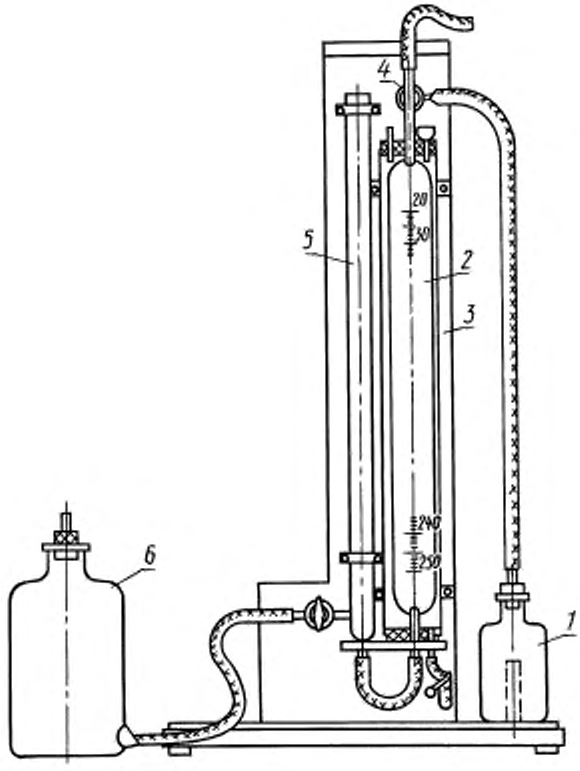
Метиловый красный по НТД.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1990 г. (ИУС 4—91).

gost.e-ecolog.ru



1 — реакционная колба; *2* — измерительная бюретка; *3* — термостатирующая мантия; *4* — трехходовой кран; *5* — сообщающийся цилиндр; *6* — уравнительная склянка

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску массой 0,1—5,0 г (в зависимости от предполагаемой массовой доли свободного кремния) помещают в реакционную колбу *1*. Затем приливают 40 см^3 раствора гидроокиси натрия, тщательно закрывают пробкой с трубкой, соединяющей колбу с измерительной бюреткой, заполненной до нулевого деления запорной жидкостью (раствор серной кислоты с массовой долей кислоты 1 %, подкрашенный 3—4 каплями метилового красного). Отметив температуру начала опыта, соединяют реакционную колбу посредством трехходового крана *4* с измерительной бюреткой, помещают колбу в водяную баню, нагревают до кипения и выдерживают на кипящей водяной бане в течение 2 ч. После прекращения выделения газа реакционную колбу *1* вынимают из бани, охлаждают до температуры начала опыта. Уровни жидкости в измерительной бюретке *2* и цилиндре *5* с помощью уравнительной склянки выравнивают и измеряют объем выделившегося водорода.

Раздел 3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Объем водорода, приведенный к нормальным условиям (V_0, см^3), вычисляют по формуле

$$V_0 = \frac{(P - W) \cdot V \cdot 273}{101{,}32\,(273 + t)},$$

где P — давление воздуха, кПа;

W — упругость паров воды над запорной жидкостью, кПа (справочные данные);

V — объем выделившегося водорода, см^3;

t — температура водорода, °С;

101,32 — нормальное давление воздуха, кПа.

Массовую долю свободного кремния (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_0 \cdot 0{,}000627 \cdot 100}{m},$$

где 0,00627 — коэффициент пересчета объема водорода на свободный кремний;

m — масса навески, г.

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли свободного кремния приведены в таблице.

%

Массовая доля свободного кремния	Погрешность результатов анализа	Допускаемое расхождение		
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях	двух параллельных определений	результатов анализа стандартного образца и аттестованного значения
От 0,3 до 1 включ.	0,10	0,12	0,10	0,06
Св. 1 » 3 »	0,19	0,24	0,20	0,12

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

gost.e-ecolog.ru