Группа И29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ КАРБИДКРЕМНИЕВЫЕ

Методы определения двуокиси кремния

ГОСТ 26564.3—85

Silicon carbide refractory materials and products.
Methods for determination of silicon dioxide

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 гравиметрический (при массовой доле от 1,5 до 10 %) и титриметрический (при массовой доле от 0,3 до 5 %) методы определения двуокиси кремния в огнеупорных карбидкремниевых материалах и изделиях.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4555—84.

Стандарт не распространяется на огнеупорные карбидкремниевые изделия и материалы, содержащие связанный азот.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Метод основан на окислении карбида кремния и свободного кремния до двуокиси кремния путем сплавления навески со смесью углекислого натрия и тетраборнокислого натрия, разложении плава соляной кислотой, определении суммарного количества двуокиси кремния и последующем вычислении двуокиси кремния.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Печь муфельная с нагревом до температуры 1100 °С.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563—75.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79, безводный.

Натрий тетраборнокислый по ГОСТ 4199—76, безводный.

Смесь для сплавления, состоящая из безводного углекислого натрия и безводного тетраборнокислого натрия в соотношеии 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и растворы 1:1 и 5:95.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор 1:4.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой долей азотнокислого серебра 1 %.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—89, раствор с массовой доле желатина 4 %, свежеприготовленный.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

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

gost.e-ecolog.ru

2.3. Проведение анализа

В платиновом тигле сплавляют от 6 до 8 г смеси для сплавления. После охлаждения в тот же тигель добавляют 0,5 г пробы, тигель накрывают платиновой крышкой и нагревают, постепенно повышая температуру до (1000 ± 50) °С. Нагревание продолжают до полного разложения пробы. Время от времени жидкий сплав перемешивают, держа тигель в щипцах с платиновыми наконечниками.

Тигель с плавом охлаждают, переносят в фарфоровую чашку, приливают 50 $см^3$ соляной кислоты (3:1), накрывают часовым стеклом и помещают на электроплитку. После полного растворения сплава снимают стекло, тигель и крышку обмывают горячей водой и содержимое чашки выпаривают досуха. Чашку охлаждают, прибавляют 30 $см^3$ соляной кислоты и на плитке выдерживают 5—7 мин, приливают 3—5 $см^3$ раствора желатина, энергично перемешивают содержимое чашки в течение 3 мин, оставляют на 5—7 мин и приливают 60 $см^3$ теплой воды, перемешивают до полного растворения солей и фильтруют через фильтр средней плотности диаметром 9 см, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$. Осадок на фильтре промывают 2—3 раза горячим раствором соляной кислоты (5:95) и затем горячей водой до удаления ионов хлора (проба с азотнокислым серебром).

Фильтр с осадком помещают во взвешенный платиновый тигель, осторожно высушивают, озоляют и прокаливают при температуре (1000 ± 50) °С в течение 40 мин. После охлаждения в эксикаторе взвешивают. Прокаливание повторяют по 10 мин до получения постоянной массы.

Прокаленный осадок в тигле увлажняют 5 каплями раствора серной кислоты и добавляют 10 $см^3$ фтористоводородной кислоты. Содержимое тигля осторожно выпаривают досуха. Тигель с остатком прокаливают в течение 15 мин при температуре (1000 ± 50) °С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

2.2, 2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю двуокиси кремния (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100 - 1{,}5\,X_1 - 2{,}14X_2,$$

где X_1 — массовая доля карбида кремния в пробе, %;

X_2 — массовая доля свободного кремния в пробе, %;

m_1 — масса тигля с прокаленным осадком двуокиси кремния до обработки кислотами, %;

m_2 — масса тигля с остатком после обработки кислотами и прокаливания, г;

m — масса навески, г;

1,5 — коэффициент пересчета карбида кремния на двуокись кремния;

2,14 — коэффициент пересчета кремния на двуокись кремния.

2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли двуокиси кремния приведены в табл. 1.

Таблица 1

%

Массовая доля двуокиси 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 1,5 до 5 включ.	0,5	0,6	0,5	0,3
Св. 5 » 10 »	0,7	0,8	0,7	0,4

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Метод основан на образовании силикофторидкалия, гидролизации его горячей водой и титровании выделившегося фтороводорода раствором гидроокиси натрия.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Тигли платиновые по ГОСТ 6563—75.

Калий хлористый твердый по НТД.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Раствор соляной кислоты (1:4), насыщенный хлористым калием. 2000 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:4) насыщают твердым хлористым калием (примерно 350 г на 1000 $см^3$). Периодически перемешивая раствор, оставляют на 24 ч.

Кислота соляная, раствор 0,1 моль/$дм^3$.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, раствор с массовой долей кислоты 40 %, насыщенный хлористым калием. 100 $см^3$ раствора с массовой долей фтористоводородной кислоты 40 % помещают в полиэтиленовый сосуд, добавляют 10 г измельченного и высушенного при температуре (130 ± 5) °С хлористого калия, перемешивают. По истечении 24 ч содержимое сосуда фильтруют на полиэтиленовой воронке через фильтр средней плотности в полиэтиленовый стакан.

Натрия гидроокись 0,1 моль/$дм^3$.

Спирт этиловый по ОСТ 84 2154—84, раствор с массовой долей спирта 96 %.

Раствор для промывки: 3000 $см^3$ воды насыщают хлористым калием (примерно 370 г на 1000 $см^3$) и добавляют 3000 $см^3$ этилового спирта. Смесь оставляют на 24 ч. Перед применением ее фильтруют, добавляют в расчете на 1000 $см^3$ раствора 3—5 $см^3$ раствора метилового оранжевого и раствора гидроокиси натрия или раствор соляной кислоты 0,1 моль/$дм^3$.

Метиловый оранжевый по ТУ 6—09—5171—84, раствор с массовой долей 0,1 %.

Фенолфталеин по НТД, раствор с массовой долей фенолфталеина 0,5 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Проведение анализа

Навеску массой 1,0 г помещают в платиновый тигель и добавляют 5 $см^3$ соляной кислоты и 5 $см^3$ раствора фтористоводородной кислоты, насыщенного хлористым калием.

Содержимое тигля нагревают на водяной бане в течение 15 мин, затем охлаждают и добавляют 20 $см^3$ раствора соляной кислоты, насыщенного хлористым калием, а затем фильтруют через полиэтиленовую воронку диаметром 30—40 мм. На воронку сначала кладут фильтр средней плотности, а затем бумажную массу толщиной 3—4 мм, изготовленную из фильтровальной бумаги.

При фильтровании используют водовакуумный насос. Сначала при слабом отсосе фильтр промывают раствором для промывки в объеме 510 $см^3$, а затем фильтруют. Платиновый тигель и фильтр отмывают от остатков кислоты раствором для промывки. За один прием используют около 10 $см^3$ раствора, который полностью профильтровывают. Операцию промывки повторяют около 10 раз.

Удаление остатков кислоты контролируют добавлением к раствору для промывки раствора метилового оранжевого, цвет которого в случае присутствия кислоты становится оранжево-желтым.

После окончания промывки остатки раствора для промывки тщательно отсасывают насосом, а фильтровальную бумагу вместе с осадком с помощью пинцета вынимают из воронки и переносят в колбу Эрленмейера вместимостью 1000 $см^3$, в которой находится кипящая вода. Воду, применяемую при титровании, готовят непосредственно перед титрованием: в колбу Эрленмейера вместимостью 1000 $см^3$ помещают 400 $см^3$ воды и кипячением в течение 3 мин удаляют из нее растворенную углекислоту, а затем добавляют 1 $см^3$ раствора фенолфталеина и по каплям раствор гидроокиси натрия до тех пор, пока цвет воды не станет слабо-розовым.

В процессе титрования фильтровальную бумагу вместе с осадком энергичным встряхиванием распускают в воде и раствор титруют раствором гидроокиси натрия до появления слабо-розового окрашивания.

Затем добавляют 0,1 моль/$дм^3$ раствора соляной кислоты и повторяют титрование.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю двуокиси кремния (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot K \cdot 0{,}0015}{m} \cdot 100,$$

где V_1 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, $см^3$;

V_2 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, $см^3$;

K — поправочный коэффициент на концентрацию гидроокиси натрия;

0,0015 — масса в граммах, эквивалентная 1 $см^3$, 0,1 моль/$дм^3$ раствора гидроокиси натрия;

m — масса навески, г.

3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли двуокиси кремния приведены в табл. 2.

Таблица 2

%

Массовая доля двуокиси 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.	0,07	0,08	0,07	0,04
Св. 1 » 2 »	0,09	0,12	0,10	0,06
» 2 » 5 »	0,15	0,19	0,15	0,10

3.4.1, 3.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

gost.e-ecolog.ru