Группа И29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ КАРБИДКРЕМНИЕВЫЕ

Методы определения карбида кремния

ГОСТ 26564.1—85

Silicon carbide refractory materials and products.
Determination of silicon carbide

МКС 81.080
ОКСТУ 1509

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 июня 1985 г. № 1836 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 метод определения карбида кремния (при массовой доле от 70 до 99,6 %) и метод определения карбида кремния кулонометрическим титрованием (при массовой доле от 30 до 85 %) в огнеупорных карбидкремниевых материалах и изделиях.

Гравиметрический метод не распространяется на карбидкремниевые материалы и изделия, содержащие связанный азот.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1а. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на удалении кремнекислоты, свободного кремния и других примесей путем обработки фтористоводородной, серной и азотной кислотами с последующим сплавлением остатка с пиросульфатом калия и определением массы остатка, не растворимого в соляной кислоте.

Разд. 1а. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Тигли и чашки платиновые по ГОСТ 6563—75.
Печь муфельная с нагревом до температуры 900 °С.
Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, раствор с массовой долей 40 %.
Кислота серная по ГОСТ 4204—77.
Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.
Калия пиросульфат по НТД, плавленый.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор 1:3.
Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

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

gost.e-ecolog.ru

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску массой 1 г помещают в платиновый тигель вместимостью от 30 до 40 $см^3$ или в платиновую чашку и прокаливают при температуре (750 ± 20) °С в течение 1 ч. После охлаждения в тигель добавляют 3—4 капли серной кислоты, от 15 до 20 $см^3$ раствора фтористоводородной кислоты и 7—10 капель азотной кислоты. Тигель с содержимым нагревают до появления паров серного ангидрида, охлаждают и добавляют от 10 до 15 г пиросульфата калия, затем осторожно нагревают и выдерживают в муфельной печи при температуре (750 ± 20) °С в течение 8—10 мин. После охлаждения тигель с плавом помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, растворяют плав при нагревании в 100 $см^3$ раствора соляной кислоты и, закрыв стакан часовым стеклом, кипятят содержимое около 20 мин.

Допускается обработка соляной кислотой без сплавления с пиросульфатом калия.

Нерастворимый осадок переносят на фильтр средней плотности и промывают горячей водой до удаления ионов хлора из промывных вод (проба с азотнокислым серебром).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, осторожно озоляют так, чтобы не происходило воспламенение фильтровальной бумаги и прокаливают при температуре (750 ± 20) °С до постоянной массы остатка, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Фильтрат с промывными водами собирают в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор используют в дальнейшем для определения содержания окиси алюминия по ГОСТ 2642.4—97, окиси железа по ГОСТ 2642.5—97, окиси кальция по ГОСТ 2642.7—97 и окиси магния по ГОСТ 2642.8—97.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m},$$

где m_1 — масса тигля с остатком, г;

m_2 — масса тигля, г;

m — масса навески.

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

%

Массовая доля карбида 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 30 до 50 включ.	0,4	0,5	0,4	0,2
Св. 50 » 99,6 »	0,5	0,6	0,5	0,3

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. МЕТОД КУЛОНОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ

Метод основан на окислении карбида кремния в токе кислорода при температуре (1200 ± 50) °С и последующем определении образующейся двуокиси углерода методом кулонометрического титрования.

6. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Экспресс-анализатор на углерод типа АН-7529 в комплекте с сжимающим устройством.

Допускается применение приборов, основанных на других принципах определения углерода.

Подготовка анализатора — в соответствии с технической инструкцией по эксплуатации прибора.

Свинец (II) окись.

Бор окись по НТД.

Приготовление смеси для сплавления: 44 г окиси свинца прокаливают при температуре 400 °С в течение 2—3 ч и смешивают с 7,7 г тонко растертой окиси бора.

7. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

В предварительно прокаленную лодочку помещают навеску массой 0,1—0,2 г и 1 г смеси для сплавления, распределяя равномерным слоем. Устанавливают на индикаторе «навеска» значение массы 0,5 г. Открывают затвор трубки печи и вдвигают лодочку с навеской в рабочую зону печи. Закрывают затвор, нажимают кнопку «Сброс» на измерительном блоке. Процесс разложения навески сопровождается увеличением расхода кислорода и изменением показаний индикатора (% С). По мере окисления углерода интенсивность изменения показаний индикатора уменьшается, а затем приобретает характер импульсов уменьшающейся длительности. Отсчет показаний по индикатору производят после окончания разложения навески и окисления углерода, которое определяется моментом, когда указатели стрелочных индикаторов установятся в нулевое положение, и скорость изменения показаний индикатора снизится до уровня «холостого счета». Из показания индикатора, соответствующего моменту окончания процесса разложения навески, вычитают значение контрольного опыта, равное суммарному содержанию углерода в плавне и «холостому счету» прибора за промежуток времени, равный длительности процесса горения навески.

8. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X_1 = \frac{(X_2 - X_3) \cdot 0{,}5}{m} - X_4 \cdot 3{,}33,$$

где X_2 — массовая доля общего углерода, %;

X_3 — массовая доля углерода в контрольном опыте, %;

X_4 — массовая доля свободного углерода, %;

m — масса навески, г;

3,33 — коэффициент пересчета углерода на карбид кремния.

8.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли карбида кремния приведены в таблице.

Разделы 5—8. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

gost.e-ecolog.ru