

**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).*

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску массой 1 г помещают в платиновый тигель вместимостью от 30 до 40 см³ 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 см³ раствора фтористоводородной кислоты и 7—10 капель азотной кислоты. Тигель с содержимым нагревают до появления паров сернистого 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 см³, растворяют плав при нагревании в 100 см³ 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 см³, 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

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100,$$

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).