

**МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ
КАРБИДКРЕМНИЕВЫЕ****Методы определения двуокиси кремния****ГОСТ
26564.3—85**Silicon carbide refractory materials and products.
Methods for determination of silicon dioxideМКС 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 соотношении 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.

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 см³ 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 см³ соляной кислоты и на плитке выдерживают 5—7 мин, приливают 3—5 см³ раствора желатина, энергично перемешивают содержимое чашки в течение 3 мин, оставляют на 5—7 мин и приливают 60 см³ теплой воды, перемешивают до полного растворения солей и фильтруют через фильтр средней плотности диаметром 9 см, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 250 см³. 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 см³ 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

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

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 см³ раствора соляной кислоты (1:4) насыщают твердым хлористым калием (примерно 350 г на 1000 см³). Периодически перемешивая раствор, оставляют на 24 ч.

Кислота соляная, раствор 0,1 моль/дм³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, раствор с массовой долей кислоты 40 %, насыщенный хлористым калием. 100 см³ 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/дм³.

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

Раствор для промывки: 3000 см³ воды насыщают хлористым калием (примерно 370 г на 1000 см³) и добавляют 3000 см³ этилового спирта. Смесь оставляют на 24 ч. Перед применением ее фильтруют, добавляют в расчете на 1000 см³ раствора 3—5 см³ раствора метилового оранжевого и раствора гидроокиси натрия или раствор соляной кислоты 0,1 моль/дм³.

Метилоранжевый 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 см³ соляной кислоты и 5 см³ раствора фтористоводородной кислоты, насыщенного хлористым калием.

Содержимое тигля нагревают на водяной бане в течение 15 мин, затем охлаждают и добавляют 20 см³ 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 см³, а затем фильтруют. Платиновый тигель и фильтр отмывают от остатков кислоты раствором для промывки. За один прием используют около 10 см³ 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 см³, в которой находится кипящая вода. Воду, применяемую при титровании, готовят непосредственно перед титрованием: в колбу Эрленмейера вместимостью 1000 см³ помещают 400 см³ воды и кипячением в течение 3 мин удаляют из нее растворенную углекислоту, а затем добавляют 1 см³ 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/дм³ 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, см³;

V_2 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

K — поправочный коэффициент на концентрацию гидроокиси натрия;

0,0015 — масса в граммах, эквивалентная 1 см³, 0,1 моль/дм³ 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).