

Изменение № 1 ГОСТ 26564.1—85 Материалы и изделия огнеупорные карбидкремниевые. Метод определения карбида кремния

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 29.12.90 № 3473

Дата введения 01.09.91

Наименование стандарта. Заменить слово: «метод» на «методы».

Вводную часть изложить в новой редакции: «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».

Стандарт дополнить разделом — 1а:

«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».

Раздел 2. Второй абзац. Заменить слова: «до 900 °С» на «до температуры 900 °С»;

третий абзац. Заменить слова: «40 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 40 %»;

шестой абзац изложить в новой редакции: «Калия пиросульфат по НТД, плавленный».

Пункт 3.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Допускается обработка соляной кислотой без сплавления с пиросульфатом калия».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли карбида кремния приведены в таблице.

Массовая доля карбида кремния	Погрешность результатов анализа	Допускаемые расхождения		
		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

Стандарт дополнить разделами — 5—8:

«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.

(Продолжение см. с. 282)

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.

(ИУС № 4 1991 г.)