

**МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ
КАРБИДКРЕМНИЕВЫЕ****Метод определения свободного кремния**Silicon carbide refractory materials and products.
Determination of free silicon**ГОСТ
26564.4—85**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 газообъемный метод определения свободного кремния в огнеупорных карбидкремниевых материалах и изделиях (при массовой доле от 0,3 до 3 %).

Метод основан на измерении объема водорода, выделяющегося при взаимодействии свободного кремния с раствором гидроксида натрия, эквивалентного массовой доле свободного кремния. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4556—84.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ

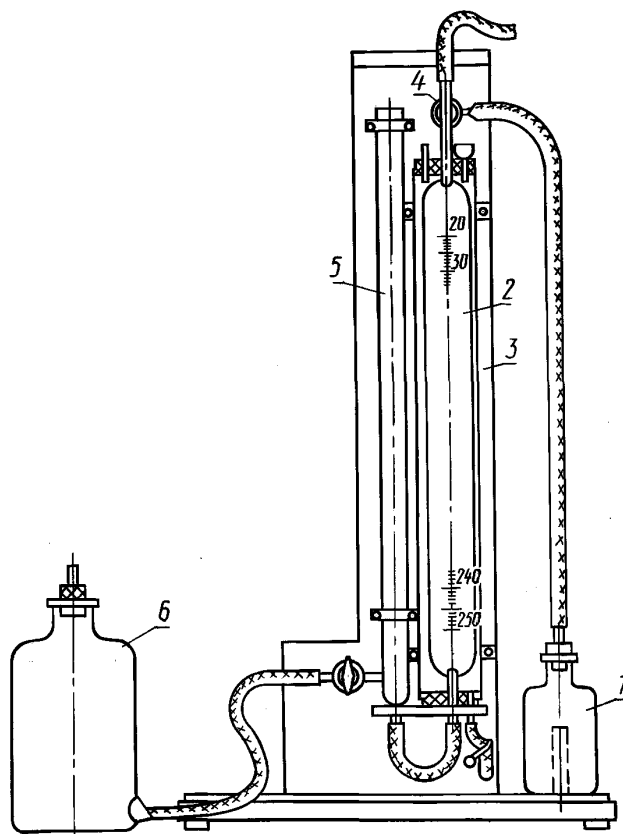
Кальциметр — установка для определения объема выделившегося водорода. Схема установки приведена на чертеже.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей гидроксида 25 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Метиловый красный по НТД.

(Измененная редакция, Изм. № 1).



1 — реакционная колба; 2 — измерительная бюретка; 3 — термостатирующая мантия; 4 — трехходовой кран;
5 — сообщающийся цилиндр; 6 — уравнительная склянка

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску массой 0,1—5,0 г (в зависимости от предполагаемой массовой доли свободного кремния) помещают в реакционную колбу 1. Затем приливают 40 см³ раствора гидроокиси натрия, тщательно закрывают пробкой с трубкой, соединяющей колбу с измерительной бюреткой, заполненной до нулевого деления запорной жидкостью (раствор серной кислоты с массовой долей кислоты 1 %, подкрашенный 3—4 каплями метилового красного). Отметив температуру начала опыта, соединяют реакционную колбу посредством трехходового крана 4 с измерительной бюреткой, помещают колбу в водяную баню, нагревают до кипения и выдерживают на кипящей водяной бане в течение 2 ч. После прекращения выделения газа реакционную колбу 1 вынимают из бани, охлаждают до температуры начала опыта. Уровни жидкости в измерительной бюретке 2 и цилиндре 5 с помощью уравнительной склянки выравнивают и измеряют объем выделившегося водорода.

Раздел 3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Объем водорода, приведенный к нормальным условиям (V_0 , см³), вычисляют по формуле

$$V_0 = \frac{(P - W) \cdot V \cdot 273}{101,32 (273 + t)},$$

где P — давление воздуха, кПа;

W — упругость паров воды над запорной жидкостью, кПа (справочные данные);

V — объем выделившегося водорода, см³;

t — температура водорода, °С;

101,32 — нормальное давление воздуха, кПа.

С. 3 ГОСТ 26564.4—85

Массовую долю свободного кремния (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_0 \cdot 0,000627 \cdot 100}{m},$$

где 0,000627 — коэффициент пересчета объема водорода на свободный кремний;
 m — масса навески, г.

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

Массовая доля свободного 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.	0,10	0,12	0,10	0,06
Св. 1 » 3 »	0,19	0,24	0,20	0,12

4.1, 4.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).