

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**  
**МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ КАРБИДКРЕМНИЕВЫЕ**  
**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ**  
**Silicon carbide refractory materials and products. Methods for determination of silicon dioxide**  
**ГОСТ 26564.3-85 (СТ СЭВ 4555-84)**  
**(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.1990 N 3473)**

Группа И29

ОКСТУ 1509

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 июня 1985 г. N 1837 срок действия установлен с 01.07.1986 до 01.07.1991.

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.  
(абзац введен Изменением N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.1990 N 3473)

## **1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам анализа - по ГОСТ 26564.0-85.

## **2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.1990 N 3473)**

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.

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.1990 N 3473)

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%.

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.1990 N 3473)

Абзац исключен с 1 сентября 1991 года. - Изменение N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.1990 N 3473.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293-89, раствор с массовой долей желатина 4%, свежеприготовленный.

(абзац введен Изменением N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.1990 N 3473)

### 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 плав перемешивают, держа тигель в щипцах с платиновыми наконечниками.

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.1990 N 3473)

Тигель с плавом охлаждают, переносят в фарфоровую чашку, приливают 50 см<sup>3</sup> 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, приливают 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты и на плитке выдерживают 5 - 7 мин, приливают 3 - 5 см<sup>3</sup> раствора желатина, энергично перемешивают содержимое чашки в течение 3 мин, оставляют на 5 - 7 мин и приливают 60 см<sup>3</sup> теплой воды, перемешивают до полного растворения солей и фильтруют через фильтр средней плотности диаметром 9 см, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. 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).

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.1990 N 3473)

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.

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.1990 N 3473)

Прокаленный осадок в тигле увлажняют 5 каплями раствора серной кислоты и добавляют 10 см<sup>3</sup> 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.

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.1990 N 3473)

### 2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю двуокиси кремния (X) в процентах вычисляют по формуле

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

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

%

-----Т-----Т-----

Массовая доля	Погрешность	Допускаемые расхождения
двуокси кремния	результатов +-----Т-----Т-----	
	анализа  двух средних  двух   результатов	
	результатов  параллельных  анализа	
	анализа,  определений  стандартного	
	выполненных   образца и	
	в различных   аттестованного	
	условиях   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

(п. 2.4.2 в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.1990 N 3473)

### 3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.1990 N 3473)

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.

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.1990 N 3473)

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77.

Раствор соляной кислоты (1:4), насыщенный хлористым калием. 2000 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:4) насыщают твердым хлористым калием (примерно 350 г на 1000 см<sup>3</sup>). Периодически перемешивая раствор, оставляют на 24 ч.

Кислота соляная, раствор 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484-78, раствор с массовой долей кислоты 40%, насыщенный хлористым калием. 100 см<sup>3</sup> 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.

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.1990 N 3473)

Натрия гидроокись 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый по ГОСТ 4448-71, раствор с массовой долей спирта 96%.

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.1990 N 3473)

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

Метилловый оранжевый по ГОСТ 10816-64, раствор с массовой долей 0,1%.

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.1990 N 3473)

Фенолфталеин по НТД, раствор с массовой долей фенолфталеина 0,5%.

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.1990 N 3473)

3.3. Проведение анализа

Навеску массой 1,0 г помещают в платиновый тигель и добавляют 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты и 5 см<sup>3</sup> раствора фтористоводородной кислоты, насыщенного хлористым калием.

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

$V_2$  - объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

K - поправочный коэффициент на концентрацию гидроокиси натрия;

0,0015 - масса в граммах, эквивалентная 1 см<sup>3</sup>, 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия;

m - масса навески, г.

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.1990 N 3473)

3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли двуокиси кремния приведены в табл. 2.

Таблица 2

		%	
		Т	Т
Массовая доля	{Погрешность}	Допускаемые расхождения	
двуокиси кремния	{результатов}	Т	Т
	{ анализа   двух средних   двух   результатов		
	{ результатов   параллельных   анализа		
	{ анализа,   определений   стандартного		
	{ выполненных     образца и		
	{ в различных     аттестованного		
	{ условиях     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

(п. 3.4.2 в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.1990 N 3473)