

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР
МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ КАРБИДКРЕМНИЕВЫЕ
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВОБОДНОГО КРЕМНИЯ
Silicon carbide refractory materials and products. Determination of free silicon
ГОСТ 26564.4-85 (СТ СЭВ 4556-84)
(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.1990 N 3473)

Группа И29

ОКСТУ 1509

Разработан Министерством черной металлургии СССР.

Исполнители: Ю.А. Полонский, В.А. Орлов, А.С. Норкина, В.С. Яковлева, С.Б. Пашкова.

Внесен Министерством черной металлургии СССР.

Член Коллегии В.Г. Антипин.

Утвержден и введен в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 июня 1985 г. N 1837.

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 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.

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

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4556-84.

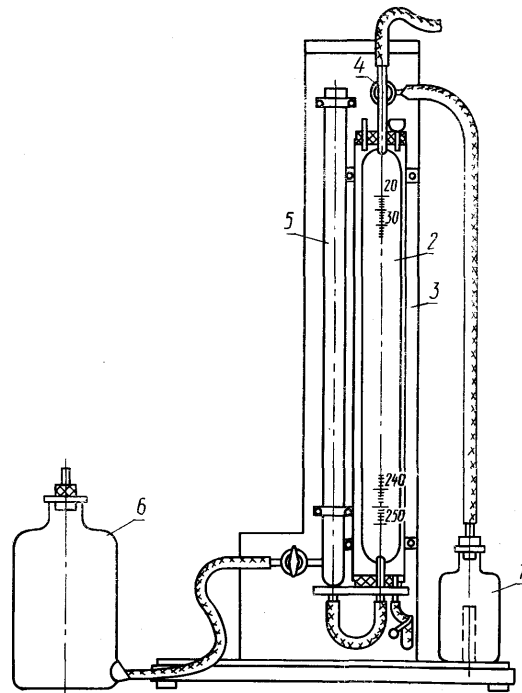
1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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.

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



1 - реакционная колба; 2 - измерительная бюретка; 3 - термостатирующая мантия; 4 - трехходовой кран; 5 - сообщающийся цилиндр; 6 - уравнивательная склянка (чертеж 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.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77, раствор с массовой долей гидроокиси 25%.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204-77.

Метиловый красный по НТД.

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА (раздел 3 в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.1990 N 3473)

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 уравнивательной склянки выравнивают и измеряют объем выделившегося водорода.

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.

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.

(п. 4.1 в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.1990 N 3473)

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

%

-----T-----T-----

Массовая доля |Погрешность| Допускаемые расхождения

свободного кремния |результатов+-----T-----T-----

| 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. | 0,10 | 0,12 | 0,10 | 0,06

Св. 1 " 3 " | 0,19 | 0,24 | 0,20 | 0,12

(п. 4.2 в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.1990 N 3473)