

ГОСТ 26327-84
(СТ СЭВ 4169-83)

Группа Г25

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАТЕРИАЛЫ ШЛИФОВАЛЬНЫЕ ИЗ КАРБИДА КРЕМНИЯ

Технические условия

Grinding materials from silicon carbide.
Specifications

ОКП 39 8850, 39 8860

Дата введения 1986-01-01

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством станкостроительной и инструментальной промышленности СССР
РАЗРАБОТЧИКИ

Н.И.Григорьева; В.Г.Казаков; канд. техн. наук; С.А.Молчанов, канд. техн. наук; Н.Н.Пискарева; В.П.Уткина, канд. геол-минер. наук; М.В.Харитонов, канд. хим. наук; В.Г.Феоктистов, канд. техн. наук; Е.А.Чистяков, канд. физ.-мат. наук; Е.М.Капинос

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 01.11.84 N 3842

3. Срок проверки - 1995 г., периодичность проверки - 5 лет

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4169-83

5. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, приложения
ГОСТ 12.1.004-91 ГОСТ 12.1.005-88 ГОСТ 12.1.007-76 ГОСТ 12.1.019-79 ГОСТ 450-77 ГОСТ 1770-74	Приложение 4
ГОСТ 3118-77 ГОСТ 3647-80 ГОСТ 3760-79	Приложения 3, 4 2.2; 4.1; 4.6; приложение 4 Приложения 3, 4
ГОСТ 4204-77 ГОСТ 4461-77 ГОСТ 4478-78 ГОСТ 6563-75	Приложение 4

ГОСТ 6613-86	
ГОСТ 6709-72	
ГОСТ 9147-80	
ГОСТ 9284-75	Приложение 4
ГОСТ 10484-78	
ГОСТ 14919-83	
ГОСТ 19522-74	
ГОСТ 23932-79	
ГОСТ 24104-88	
ГОСТ 25336-82	
ГОСТ 27595-88	2.8, 5
ГОСТ 28924-91	4.2; 4.3; 4.5a

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (декабрь 1993 г.) с Изменениями N 1, 2, 3, утвержденными в июне 1986 г., в октябре 1989 г., в декабре 1991 г. (ИУС 9-86, 1-90, 3-92)

Постановлением Госстандарта СССР N 1906 от 10.12.91 снято ограничение срока действия

Настоящий стандарт распространяется на шлифовальные материалы (далее - шлифматериалы) из зеленого и черного карбида кремния, предназначенные для изготовления абразивного инструмента, а также для использования на операциях обработки свободным абразивным зерном и устанавливает требования к шлифматериалам, изготавливаемым для нужд народного хозяйства и экспорта.

Требования стандарта в части разд.1, 2, 5 и пп.3.6, 4.1-4.5а являются обязательными, другие требования настоящего стандарта являются рекомендуемыми.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 3).

1. МАРКИ

1.1. Шлифматериалы из карбида кремния должны изготавливаться марок и зернистостей, указанных в табл.1.

Таблица 1

Разновидность карбида кремния	Марка для категорий качества		Зернистость
	высшей	первой	
Зеленый	64С	63С	От 63 до 6 от М63 до М5
Черный	54С	53С	От 160 до 6

Пример условного обозначения шлифматериала из зеленого карбида кремния марки 64С, зернистости 25-П:

64С 25-П ГОСТ 26327-84

(Измененная редакция, Изм. N 1).

2. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

2.1. Шлифматериалы из карбида кремния должны изготавливаться в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

2.2. Зерновой состав шлифматериалов - по [ГОСТ 3647](#).

2.3. Химический состав шлифматериалов из карбида кремния должен соответствовать указанному в табл.2.

Таблица 2

Марка	Зернистость	Массовая доля компонентов, %		
		SiC, не менее	Fe, не более	C, не более
64C	63-16	99	0,1	0,3
	12-6	98	0,2	0,4
	M63; M50	99	0,1	
	M40-M14	98	0,2	
	M10-M5	97		
63C	63-16	98		
	12; 10		0,3	
	8; 6	97	0,4	
	M63; M50	98	0,3	
63C	M40-M14	97	0,4	0,4
	M10-M5	96		

54С	160-80	98	0,3	0,3
	63-16			
54С	12; 10	97	0,4	0,4
	8; 6	96	0,5	
53С	160-80	97	0,4	
	63-16			
	12; 10	96	0,5	
	8; 6		0,7	

2.4. Массовая доля магнитного материала не должна быть более: 0,05% - для шлифматериалов марки 64С; 0,15% - для шлифматериалов марки 63С; 0,13% - для шлифматериалов марки 54С зернистостей 160-16, 0,2% - для зернистостей 12-6; 0,3% - для шлифматериалов марки 53С.

2.5. Содержание зеленых зерен в шлифматериалах зернистости 63-16 должно быть не менее: 90% - для шлифматериалов марки 64С; 80% - для шлифматериалов марки 63С.

2.6. Насыпная плотность шлифматериалов должна соответствовать указанной в табл.3.

Таблица 3

Зернистость	Насыпная плотность, г/см ³ , не менее, для шлифматериалов марок	
	64С, 63С	54С, 53С
160-100	-	1,43
80		1,41
63; 50; 40	1,49	1,43
32	1,48	1,41
25	1,46	1,39
20	1,44	1,37
16	1,41	1,35
12	1,35	1,33
10	1,35	1,31
8	1,34	1,29
6	1,27	1,27

2.7. Показатели надежности шлифматериалов должны соответствовать указанным в табл.4.

Таблица 4

Показатели	Зернистость	Значение
Разрушаемость, %, не более	160-80	70
	63-16	47
Абразивная способность, г, не менее	12; 10	0,09
	8	0,09*; 0,08
	6	0,08
Режущая способность зеленого карбида кремния, г/мин, не менее	M63	0,082
	M50	0,070
	M40	0,057
	M28	0,045
	M20	0,034
	M14	0,025
	M10	0,016

	M7	0,012
	M5	0,009

* Для марок 64С и 63С.

2.2-2.7. (Измененная редакция, Изм. N 2).

2.8. Маркировка и упаковка - по [ГОСТ 27595](#).

(Введен дополнительно, Изм. N 2).

3. ПРИЕМКА

3.1. Для контроля соответствия шлифматериалов требованиям настоящего стандарта проводят приемочный контроль и периодические испытания.

3.2. Приемочному контролю на соответствие требованиям:

- пп.2.2 и 2.4 подвергают пробы каждой партии шлифматериалов всех зернистостей;

- п.2.3 пробы каждой партии шлифматериалов из зеленого карбида кремния зернистостями: 40 (для зернистостей 63-16), 8 (для зернистостей 12-6), 6, M50 (для зернистостей M63; M50), M14 (для зернистостей M40-M14), M5 (для зернистостей M10-M5); из черного карбида кремния зернистостей: 80 (для зернистостей 160-80), 40 (для зернистостей 63-16), 10 (для зернистостей 12; 10), 8 (для зернистостей 8; 6);

- п.2.5 пробы каждой партии шлифматериалов из зеленого карбида кремния зернистостью 40 (для зернистостей 63-16);

- п.2.6 пробы каждой партии шлифматериалов зернистостями: 125 (для зернистостей 160-80), 40 (для зернистостей 63-40), 25 (для зернистостей 32; 25), 16 (для зернистостей 20; 16), 8 и 6 (для зернистостей 12-6).

3.1, 3.2. (Измененная редакция, Изм. N 3).

3.3. Партия должна состоять из шлифматериалов, изготовленных не более чем за одни сутки для зернистостей 160-6, M63-M14; за четверо суток для зернистостей M10-M5, предъявленных к приемке по одному документу.

3.4. Объем выборки при приемочном контроле: при упаковке шлифматериалов в мешки, банки - не менее 10% упаковочных мест; при упаковке в контейнеры - каждый контейнер.

3.5. Если при приемочном контроле будет установлено несоответствие требованиям стандарта более чем по одному контролируемому показателю, то партию не принимают.

Если установлено несоответствие требованиям стандарта по одному из контролируемых показателей, то проводят повторный контроль на удвоенном количестве проб.

При наличии дефектов в повторной выборке партию не принимают.

3.6. Периодическим испытаниям по п.2.7 подвергают пробы партии шлифматериалов зернистостями: по разрушаемости - 125 (для зернистостей 160-80), 25 (для зернистостей 63-16); по абразивной способности шлифматериалов из зеленого карбида кремния зернистостями: 8 (для зернистостей 12-8), 6; из черного карбида кремния зернистостями: 10 (для зернистостей 12, 10), 8 (для зернистостей 8; 6);

режущей способности шлифматериалов зернистостями: М14 (для зернистостей М63-М14), М5 (для зернистостей М10-М5).

Периодичность испытаний - не реже одного раза в 10 дней.

(Введен дополнительно, Изм. N 3).

Разд.3. (Измененная редакция, Изм. N 2).

4. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

4.1. Метод определения зернового состава шлифматериалов - по [ГОСТ 3647](#).

4.2. Метод определения магнитного материала - по [ГОСТ 28924](#).

4.3. Метод определения насыпной плотности - по [ГОСТ 28924](#).

4.2, 4.3. (Измененная редакция, Изм. N 3).

4.4. Метод определения массовой доли зеленых зерен - по обязательному приложению 3.

4.5. Метод определения химического состава - по приложению 4.

4.4-4.5. (Измененная редакция, Изм. N 2).

4.5а. Метод определения показателей надежности - по [ГОСТ 28924](#).

(Введен дополнительно, Изм. N 2).

(Измененная редакция, Изм. N 3).

4.6. Отбор проб

Отбор и сокращение пробы производят по [ГОСТ 3647](#).

Допускается отбор проб производить методом пересечения струи, а в качестве пробоотборника микрошлифпорошков зернистостями М10-М5 использовать совок или ложку.

Масса средней пробы не должна быть менее: 1500 г - для шлифматериалов зернистости 160-16; 600 г - для шлифматериалов зернистости 12-6; 100 г - для шлифматериалов зернистости М63-М5.

Полученную среднюю пробу делят на две части с помощью струйчатого делителя или методом квартования. Одна часть идет для проведения испытания, другая - после приемки шлифматериала хранится на случай арбитражной проверки.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

5. ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

Транспортирование и хранение - по [ГОСТ 27595](#).

(Измененная редакция, Изм. N 2).

ПРИЛОЖЕНИЯ 1 и 2. (Исключены, Изм. N 3).

ПРИЛОЖЕНИЕ 3 (обязательное). МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ЗЕЛЕННЫХ ЗЕРЕН

ПРИЛОЖЕНИЕ 3

Обязательное

1. Средства измерений, аппаратура и реактивы

При выполнении измерений должны быть использованы следующие средства измерений:

- бинокулярный стереоскопический микроскоп типа МБС, обеспечивающий увеличение 88[×];

предметное стекло размерами 6х9 см или 9х12 см - по [ГОСТ 9284](#) или лист плотной гладкой бумаги, шпатель для отбора пробы, препарировальная игла или волосяная кисточка - по нормативно-технической документации; счетчик-интегратор любой системы.

2. Метод измерений

Измерение следует выполнять методом минералогического анализа шлифзерна из зеленого карбида кремния зернистостью 40 (для диапазона зернистостей 63-16) в проходящем свете.

2.1. Метод основан на подсчете под микроскопом общего числа зерен, а также в отдельности зеленых зерен карбида кремния.

2.2. Массовую долю зеленых зерен, в процентах, определяют отношением числа зеленых зерен к общему числу подсчитанных зерен.

3. Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений должны быть проведены следующие работы:

3.1. Пробу шлифматериала зернистостью 40, поступающего на анализ, усредняют.

Для этого ее высыпают на предметное стекло или лист бумаги, разравнивают тонким слоем, штрихуют квадратной сеткой и из каждого квадрата шпателем отбирают небольшое количество шлифматериала.

Отобранные из каждого квадрата частные пробы соединяют в общую пробу. Масса общей пробы должна быть 5-7 г.

3.2. Усредненную пробу высыпают на предметное стекло, с помощью шпателя и кисточки образуют дорожку так, чтобы зерна были распределены равномерно, не перекрывая друг друга, с ясно видимыми промежутками между смежными зернами.

3.3. Стекло с зернами устанавливают на предметный столик микроскопа, включенного в сеть.

4. Выполнение измерений

4.1. Выполнение измерений проводят при увеличении $12\times$.

4.2. К зеленым зернам карбида кремния относят зерна зеленого, желтого, дымчатого и голубого цветов.

4.3. При возникновении трудностей в определении цвета зерен карбида кремния зерна с помощью иглы отбирают отдельно и анализируют при увеличении $88\times$.

4.4. Число зерен регистрируют с помощью счетчика.

4.5. Общее количество просматриваемых зерен должно быть не менее 400.

5. Вычисление результата измерений

Массовую долю зеленых зерен (X) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{N_{\text{зел}}}{N_{\text{общ}}} \cdot 100,$$

где $N_{\text{зел}}$ - число зеленых зерен;

$N_{\text{общ}}$ - общее число подсчитанных зерен.

ПРИЛОЖЕНИЕ 4 (обязательное). МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА

ПРИЛОЖЕНИЕ 4

Обязательное

1. Общие требования

1.1. Пробу карбида кремния для химического анализа готовят путем сокращения средней пробы проверяемой зернистости до массы 20-25 г с помощью струйчатого делителя или методом квартования. Отбор средней пробы - по [ГОСТ 3647](#).

1.2. Навески материалов взвешивают на лабораторных весах общего назначения - по [ГОСТ 24104*](#).

* На территории Российской Федерации действует [ГОСТ 24104-2001](#). -
Примечание изготовителя базы данных.

1.2.1. Взвешивание навесок для приготовления стандартных и титрованных растворов молярной концентрации анализируемых проб, взвешивание осадков производят на весах 2-го класса с пределом взвешивания 200 г с погрешностью взвешивания не более $\pm 0,00025$ г при температуре окружающего воздуха (20 ± 2) °С и относительной влажности - 60-80%.

Перепад температур в помещении не должен превышать 2-3 °С за сутки.

1.2.2. Навески для приготовления растворов плавней взвешивают на весах с пределом взвешивания 1000 г с погрешностью взвешивания не более $\pm 0,01$ г при температуре окружающего воздуха (20 ± 5) °С и относительной влажности - 60-80%.

Перепад температур в помещении не должен превышать 2-3 °С за сутки.

1.3. Для анализов должны применяться реактивы квалификации "ос.ч.", "х.ч." или "ч.д.а.", дистиллированная вода - по [ГОСТ 6709](#) и беззольные фильтры - по нормативно-технической документации.

1.4. Лабораторная стеклянная посуда (стаканы, колбы, воронки) - по [ГОСТ 23932*](#).

Лабораторная измерительная посуда 2-го класса (пипетки, бюретки, мерные колбы) - по [ГОСТ 1770](#), [ГОСТ 20292](#)**.

* Действует [ГОСТ 23932-90](#);

** Действуют [ГОСТ 29169-91](#), [ГОСТ 29227-91](#)-[ГОСТ 29229-91](#), [ГОСТ 29251-91](#)-[ГОСТ 29253-91](#). - Примечание изготовителя базы данных.

1.5. Платиновая посуда (тигли, чашки) - по [ГОСТ 6563](#).

1.6. Концентрацию, разбавленных кислот и щелочей выражают как отношение объемных частей кислоты (или щелочи) к объемным частям воды.

1.7. Концентрацию растворов выражают:

массовой долей, % (масса вещества в 100 г раствора);

молярной концентрацией вещества - моль/дм³;

массовой концентрацией вещества, г/см³ (титр).

1.8. При использовании фотоколориметрических методов анализа, основанных на измерении оптической плотности, массовую долю определяемого компонента находят по градуировочному графику, который строится по точкам, каждая из которых должна быть средним арифметическим результатом трех параллельных измерений оптической плотности разбавленного до определенной концентрации стандартного раствора.

Градуировочный график строят в прямоугольных координатах, по оси абсцисс откладывают массы определяемого компонента в фотометрируемом объеме в граммах, а по оси ординат - соответствующие показания прибора.

При постоянных условиях анализа (постоянной массе навески, одинаковых общих объемах анализируемого раствора и объемах его аликвотной части, взятых для фотометрирования одной и той же концентрации стандартного раствора) на ось абсцисс могут быть нанесены непосредственно массовые доли определяемого компонента.

Проверку градуировочных графиков проводят по стандартному раствору периодически (не реже одного раза в квартал), а также при смене осветителя или светофильтра фотоколориметра.

1.9. Выражения "теплая вода" (или раствор) и "горячая вода" (или раствор) означают, что жидкость имеет соответственно температуру 40-70 °С и свыше 70 до 80 °С.

1.10. Массовую долю каждого компонента в пробе измеряют параллельно в двух навесках с одновременным проведением в тех же условиях контрольного (холостого) опыта, содержащего в определенном объеме все реактивы, необходимые для выполнения данного измерения, кроме анализируемой пробы.

1.11. Числовые значения результатов измерений должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения погрешности. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать величину допускаемых расхождений при доверительной вероятности $P = 0,95$.

1.12. Соответствие допускаемой погрешности измерений нормам точности при доверительной вероятности $P = 0,95$ рассчитывают по нормативно-технической документации.

1.13. При работе с кислотами, относящимися по [ГОСТ 12.1.005](#) ко второму классу опасности, а также при выполнении операций, сопровождающихся выделением вредных газов, все работы должны проводиться с соблюдением правил техники безопасности по [ГОСТ 12.1.007](#).

1.14. Электроплитки - по [ГОСТ 14919](#), а электропечи сопротивления лабораторные - по нормативно-технической документации.

1.15. При работе с электроприборами должны соблюдаться правила электробезопасности, регламентированные [ГОСТ 12.1.019](#), и правила пожарной безопасности - по [ГОСТ 12.1.004](#).

1.16. К выполнению работ должны допускаться лица, прошедшие обучение работе по соответствующей методике и ознакомленные с правилами техники безопасности по пп.1.14 и 1.15.

1.17. Условия выполнения измерений

Измерения проводят при температуре воздуха в помещении $(25 \pm 5) ^\circ\text{C}$, относительной влажности 60-80%, атмосферном давлении 920-1040 гПа (690-780 мм рт.ст.).

Для контроля условий выполнения измерений применяют:

термометр ртутный стеклянный лабораторный - по [ГОСТ 27544](#) группы 3 со шкалой от 0 до $55 ^\circ\text{C}$ с ценой деления $0,5 ^\circ\text{C}$;

психрометр универсальный ПБУ-1М - по нормативно-технической документации;

барометр любого типа со шкалой 907-1080 гПа (680-810 мм рт.ст.) и ценой деления не ниже 2 гПа (1,5 мм рт.ст.).

Для контроля продолжительности операции применяют часы любого типа с ценой деления 1 мин.

2. Метод определения массовой доли карбида кремния

2.1. Нормы точности измерений

Допускаемая погрешность измерения Δq массовой доли карбида кремния (норма точности измерений) при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должна превышать пределов, равных $\pm 0,3\%$.

2.2. Метод измерений

Метод основан на определении массы остатка после удаления всех примесей с поверхности зерна карбида кремния (при массовой доле SiC 95-99%) обработкой смесью трех кислот: фтористоводородной, азотной и серной с последующим кипячением в соляной кислоте, а затем прокаливанием при температуре 710-730 °С.

Остаток представляет собой карбид кремния, включающий в себя некоторое количество внутрикристаллических примесей.

2.3. Средства измерений, аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные с набором гирь.

Электрическая плитка с закрытой спиралью.

Часы, термометр.

Водяная баня любого типа.

Электрическая печь типа СНОЛ или подобная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева (730 ± 20) °С.

Тигли фарфоровые - по [ГОСТ 9147](#).

Эксикатор - по [ГОСТ 25336](#) с осушителем - хлоридом кальция - по [ГОСТ 450](#).

Чашки платиновые N 118-4 или N 118-5, N 120-4 или N 120-5.

Щипцы с платиновыми наконечниками.

Посуда лабораторная.

Фильтры "синяя лента".

Вода дистиллированная.

Кислота азотная - по [ГОСТ 4461](#).

Кислота фтористоводородная (плавиковая) - по [ГОСТ 10484](#), раствор с массовой долей 40%.

Кислота серная - по [ГОСТ 4204](#).

Кислота соляная - по [ГОСТ 3118](#) и разбавленная (2:100).

Аммония роданид - по [ГОСТ 19522](#), раствор с массовой долей 5%.

2.4. Выполнение измерений

Навеску карбида кремния массой 1 г, взвешенную с погрешностью не более $\pm 0,00025$ г, помещают в платиновую чашку, взвешенную с той же погрешностью, смачивают 3 см³ воды и прибавляют 10 см³ фтористоводородной, 1 см³ азотной и 5-10 капель (0,5-0,6 см³) серной кислот. Чашку ставят на песчаную баню, выпаривают содержимое до удаления фтористоводородной кислоты, а затем прокаливают на электрической плитке до прекращения выделения белых паров серного ангидрида. После этого чашку снимают с плитки, прибавляют 50-60 см³ соляной кислоты (1:5) и нагревают на плитке, не доводя до кипения, в течение 10-15 мин.

Раствор фильтруют через фильтр (белая лента) в мерную колбу вместимостью 250 см³. Микрошлифпорошки зернистостями М10-М5 фильтруют через два фильтра (синяя лента).

Приставшие к чашке частицы карбида кремния тщательно смывают теплым разбавленным раствором соляной кислоты (2:100).

Осадок на фильтре промывают сначала тем же раствором соляной кислоты до отсутствия в промывных водах ионов железа (проба с роданидом аммония), а затем 5 раз водой.

Раствор в мерной колбе охлаждают, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Приготовленный раствор служит для определения массовой доли железа. Фильтр с нерастворенным остатком помещают в предварительно взвешенный с погрешностью не более $\pm 0,00025$ г фарфоровый тигель, подсушивают, обугливают и прокаливают в муфельной печи при температуре 710-730 °С. Через час тигель вынимают из печи, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Повторными прокаливаниями до 20 мин тигель доводят до постоянной массы.

2.5. Вычисление результата измерений

Массовую долю карбида кремния (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m},$$

где m - масса навески карбида кремния, г;

m_1 - масса тигля с остатком, г;

m_2 - масса пустого тигля, г.

2.6. Контроль точности измерений

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений. Нормативы контроля точности измерений не должны превышать:

верхняя граница измерений Δ_B - пределов, равных $\pm 0,40\%$,

размах результатов параллельных определений d'_g - $0,4\%$.

3. Метод определения массовой доли железа

3.1. Нормы точности измерений

Допускаемая погрешность измерения Δ_g массовой доли железа (норма точности измерений) при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должна превышать пределов, равных $\pm 0,06\%$.

3.2. Метод измерений

Метод измерений массовой доли железа в карбиде кремния (0,05-1,00)% основан на измерении оптической плотности желтоокрашенного соединения, образуемого ионами железа с сульфосалициловой кислотой в аммиачном растворе.

3.3. Средства измерений, аппаратура, реактивы и растворы

Фотоколориметр типа КФК-2 или подобный - по нормативно-технической документации со всеми необходимыми принадлежностями.

Термометр, часы.

Весы лабораторные.

Электрическая плитка с закрытой спиралью.

Лабораторная стеклянная и измерительная посуда.

Кислота соляная - по [ГОСТ 3118](#) и 0,5 моль/дм³ раствор (41,5 см³ соляной кислоты в 1 дм³ воды).

Аммония гидроксид (аммиак водный) - по [ГОСТ 3760](#), раствор с массовой долей 25%.

Кислота сульфосалициловая - по [ГОСТ 4478](#) раствор с массовой долей 30%.

Железа оксид - по нормативно-технической документации.

Стандартный раствор железа с массовой концентрацией 0,0001 г/см³: 0,2860 г оксида железа, высушенного при температуре (110±10) °С, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают 50 см³ соляной кислоты, накрывают колбу часовым стеклом или воронкой и нагревают на водяной бане до растворения оксида железа. Охлажденный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 2 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

Рабочий стандартный раствор железа, с массовой концентрацией 0,00002 г/см³ железа готовят разбавлением стандартного основного раствора в 5 ра

3.

3.4. Подготовка к выполнению измерений

Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см³ отмеряют из бюретки 0,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0 и 20,0 см³ рабочего стандартного раствора, что соответствует массе железа от 0,0 до 4·10⁻⁴ г. Объемы жидкости в колбах выравнивают добавлением до 20 см³ раствора соляной кислоты, приливают в каждую колбу по 20 см³ воды и 10 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, а потом по каплям аммиак до получения устойчивого желтого окрашивания раствора и еще 5 см³ избытка. Объем раствора в мерной колбе доводят до метки водой, хорошо перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность растворов на фотоколориметре со светофильтром с максимумом светопропускания при длине волны 400-450 нм. Величину кювет определяют экспериментально, руководствуясь инструкцией, приложенной к прибору.

Нулевую точку прибора устанавливают по раствору в первой колбе, не содержащему железа

3.5. Выполнение измерений

В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой в зависимости от массовой доли железа 10 или 20 см³ раствора, приготовленного по п.2.4, доливают раствор до 20 см³ раствором соляной кислоты и далее ведут определение как в п.3.4.

При массовой доле железа менее 0,1% - в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают аликвотную часть 50 см³ раствора. В этом случае построение графика по п.3.4 проводят с выравниванием объемов жидкости в колбах до 50 см³ соляной кислотой без добавления 20 см³ воды

3.6. Вычисление результата измерений

Массовую долю железа (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_0 \cdot V_{об} \cdot 100 \cdot b}{V_a \cdot m},$$

где m_0 - масса железа в колбе для фотометрирования, определенная по градуировочному графику, г;

V_a - объем аликвотной части, взятой для фотометрирования, см³;

$V_{об}$ - общий объем анализируемого раствора, см³;

b - предварительное разбавление анализируемого раствора, для неразбавленных растворов $b = 1$;

m - масса навески, г

3.7. Контроль точности измерений

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений.

Нормативы контроля точности измерений не должны превышать: верхняя граница измерений Δ_B пределов, равных $\pm 0,06\%$; размах результатов параллельных определений d_q - 0,4%.

4. Метод определения массовой доли свободного углерода

4.1. Метод измерений

Метод измерений массовой доли углерода (0,1-0,5%) в карбиде кремния основан на измерении убыли массы навески образца после выжигания свободного углерода из карбида кремния при температуре 710-730 °С.

4.2. Средства измерений, аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные.

Электрическая печь.

Эксикатор.

Тигли платиновые или фарфоровые с крышками N 4 или N 3.

4.3. Выполнение измерений.

Навеску карбида кремния массой 1 г помещают во взвешенный с погрешностью не более $\pm 0,00025$ г фарфоровый или платиновый тигель, полуоткрыв крышку, ставят его в муфельную печь и прокаливают при температуре 710-730 °С в течение 20 мин, после чего тигель вынимают из муфельной печи, охлаждают в эксикаторе и взвешивают на весах с погрешностью $\pm 0,00025$ г. Повторные прокаливания по 10 мин производят до тех пор, пока масса навески не станет постоянной или начнет увеличиваться. Остаток в платиновом тигле может быть использован для определения массовой доли суммы свободного кремния и оксида кремния (IV).

4.4. Вычисление результата измерений

Массовую долю свободного углерода (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m},$$

где m - масса навески, г;

m_1 - масса тигля с навеской до прокаливания, г;

m_2 - масса тигля с навеской после прокаливания, г.

4.5. Контроль точности измерений

За окончательный результат принимают среднее арифметическое из двух параллельных определений, размах результатов которых не должен превышать 0,1%.

Электронный текст документа

подготовлен ЗАО "Кодекс" и сверен по:

официальное издание

М.: Издательство стандартов, 1994