

ICS 81.080
Q 44



中华人民共和国国家标准

GB/T 16555—2008

代替 GB/T 16555.1~16555.6—1996, GB/T 13245~13246—1991

GB/T 16555—2008

含碳、碳化硅、氮化物耐火材料 化学分析方法

Chemical analysis of refractories containing carbon and
silicon carbide or nitride

中华人民共和国
国家标准
含碳、碳化硅、氮化物耐火材料
化学分析方法
GB/T 16555—2008

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 2.5 字数 70 千字
2008年9月第一版 2008年9月第一次印刷

*
书号: 155066·1-33094 定价 28.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 16555-2008

2008-06-26 发布

2009-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

表 6 (续)

材 料 类 型	标准分析方法
d) 二氧化硅结合碳化硅、氮化物材料	GB/T 6901
e) 碳化硅和氮化物结合高铝、刚玉材料, 铝碳质材料和氮化铝材料	GB/T 6900
f) 含碳化硅和氮化物镁碳质、镁钙碳质、镁铝碳质材料	GB/T 5069
g) 含碳化硅和氮化物锆碳质、铝锆碳质、锆钙碳质材料	GB/T 4984
h) 含碳化硅和氮化物镁铬质材料	GB/T 5070

18.5 分析结果计算

二氧化硅量按式(33)计算:

$$w(\text{SiO}_2) = w(\text{SiO}_2)^* \times [1 - w(\text{LOI})_{850\text{ }^\circ\text{C}}] - w(\text{SiC}) \times 1.498\ 5 - w(\text{Si}_3\text{N}_4) \times 1.284\ 9 - w(\text{F. Si}) \times 2.139\ 3 \quad \dots\dots\dots(33)$$

式中:

$w(\text{SiO}_2)^*$ ——9.2 残渣中总硅量(以二氧化硅计)的质量分数, %;

$w(\text{SiC})$ ——试样中碳化硅量的质量分数, %;

$w(\text{Si}_3\text{N}_4)$ ——试样中氮化硅量的质量分数, %;

$w(\text{F. Si})$ ——试样中游离硅量的质量分数, %;

1.498 5——SiC 换算成 SiO₂ 的系数;

1.284 9——Si₃N₄ 换算成 SiO₂ 的系数;

2.139 3——Si 换算成 SiO₂ 的系数;

$w(\text{LOI})_{850\text{ }^\circ\text{C}}$ ——试样 850 °C 灼烧减量, %。

氧化铝量按式(34)计算:

$$w(\text{Al}_2\text{O}_3) = w(\text{Al}_2\text{O}_3)^* \times [1 - w(\text{LOI})_{850\text{ }^\circ\text{C}}] - w(\text{F. Al}) \times 1.889\ 4 \quad \dots\dots\dots(34)$$

式中:

$w(\text{Al}_2\text{O}_3)^*$ ——9.2 残渣中总氧化铝量的质量分数, %;

$w(\text{F. Al})$ ——试样中游离铝量的质量分数, %;

$w(\text{LOI})_{850\text{ }^\circ\text{C}}$ ——850 °C 灼烧减量, %;

1.889 4——金属铝换算成氧化铝的系数。

其他氧化物含量按式(35)计算:

$$w(\text{M}_m\text{O}_n) = w(\text{M}_m\text{O}_n)^* \times [1 - w(\text{LOI})_{850\text{ }^\circ\text{C}}] \quad \dots\dots\dots(35)$$

式中:

$w(\text{M}_m\text{O}_n)$ ——试样中氧化物量的质量分数, %;

$w(\text{M}_m\text{O}_n)^*$ ——9.2 残渣中氧化物量的质量分数, %;

$w(\text{LOI})_{850\text{ }^\circ\text{C}}$ ——试样 850 °C 灼烧减量, %。

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	2
3 术语和定义	2
4 仪器和设备	3
5 试样制备	3
6 通则	4
7 试验报告	4
8 热处理减量的测定	6
9 灼烧减量、挥发分的测定	6
10 总碳量的测定	7
11 游离碳量的测定	11
12 碳化硅量的测定	13
13 总氮量(T. N)的测定	17
14 氮化硅量(Si ₃ N ₄)的测定	20
15 游离硅量的测定	20
16 游离铝量的测定	24
17 氧化铁量、氧化铝量的测定——EDTA 容量法(铁铝连续滴定)	28
18 氧化物量的测定(二氧化硅、氧化铝、氧化铁、二氧化钛、氧化钙、氧化镁、氧化钾、氧化钠、氧化锆、三氧化二铬、氧化锰、五氧化二磷)	31
附录 A (规范性附录) 验收分析值程序	33

V_1 ——所用 EDTA 标准溶液(17.2.12 或 17.2.13)总体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——所用硝酸铋标准溶液(17.2.11 或 17.2.14)体积的数值,单位为毫升(mL)。

1 mL EDTA 标准溶液相当于氧化铝的量按下述方法标定:

移取 10.00 mL 或 50.00 mL 氧化铝标准溶液(17.2.10)于烧杯中,加 20 mL EDTA 标准溶液(17.2.12)或 25 mL EDTA 标准溶液(17.2.13)。以下按 17.4.4 操作。3 份 EDTA 标准溶液所消耗相应的硝酸铋标准溶液毫升数的极差应不超过 0.10 mL,取其平均值;否则,应重新标定。

1 mL EDTA 标准溶液对氧化铝的量以 T_2 表示,按式(30)计算,结果保留 4 位有效数字。

$$T_2 = \frac{V_1 \times c}{V_2 - V_3 \times K_2} \quad \dots\dots\dots(30)$$

式中:

T_2 ——1 mL EDTA 标准溶液对氧化铝的量,单位为克每毫升(g/mL);

V_1 ——移取氧化铝标准溶液(17.2.10)体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氧化铝标准溶液(17.2.10)浓度的数值,单位为克每毫升(g/mL);

V_2 ——所用 EDTA 标准溶液(17.2.12 或 17.2.13)总体积的数值,单位为毫升(mL);

V_3 ——所用硝酸铋标准溶液(17.2.11 或 17.2.14)体积的数值,单位为毫升(mL);

K_2 ——1 mL 硝酸铋标准溶液换算成相应 EDTA 标准溶液的换算系数。

17.2.15 二甲酚橙指示剂(5 g/L)。

17.2.16 次甲基兰指示剂(1 g/L)。

17.2.17 百里酚兰指示剂(1 g/L):用 20%(体积分数)乙醇配制。

17.3 试料量

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.1 mg。

17.4 测定

17.4.1 将试料置于铂坩埚中放在高温炉内逐渐升温至 1 000 °C,保温 30 min~40 min,取出冷却。加 3 g~4 g 混合熔剂(17.2.1),混匀。另取 1 g 混合熔剂(17.2.1)覆盖其上,加盖并留有缝隙。置于高温炉中(炉温在 800 °C 以下)升温至 1 100 °C~1 150 °C,保持 30 min~40 min(熔样过程摇动坩埚 2 次~3 次)。等试料完全分解后,取出坩埚,冷却。

17.4.2 用滤纸擦净坩埚外壁,将坩埚置于盛有 150 mL~200 mL 沸水及 30 mL 硝酸(17.2.2)的 300 mL 烧杯中。加热至熔融物全部溶解,用水洗出坩埚及盖。将溶液煮沸 1 min,冷却至室温。移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀(如有胶状沉淀,可用快速滤纸干过滤于 300 mL 烧杯中)。

17.4.3 氧化铁的测定:移取 50.00 mL 试液(17.4.2)于 300 mL 烧杯中,用氨水(17.2.3)调至恰好出现稳定沉淀。立即加入 10 mL 硝酸(17.2.4),调节试液 pH 值=1.0(精密 pH 试纸检验,下同)。加(1~2)滴磺基水杨酸溶液(17.2.5)至试液出现红色,用 EDTA 标准溶液(17.2.12)慢慢滴至红色褪尽并过量 1 mL,搅拌 1 min。加(3~4)滴二甲酚橙指示剂(17.2.15),(1~2)滴次甲基兰指示剂(17.2.16)。用硝酸铋标准溶液(17.2.11)慢慢滴定至稳定紫红色后过量 1 mL,再用 EDTA 标准溶液(17.2.12)滴定至亮黄(绿)色不变,即为终点(此溶液为试液 B 用于连续测定氧化铝)。

17.4.4 氧化铝的测定:将试液 B(17.4.3)搅拌下加入 20 mL~50 mL EDTA 标准溶液(17.2.12 或 17.2.13),视试液中的氧化铝含量而定,一般过量 10 mL。用氨水(17.2.3)调节 pH 值至(2.0~3.0),加入 10 mL 苯羟乙酸溶液(17.2.6),加 10 mL 缓冲溶液(17.2.7),加热至沸,搅拌后取下冷却至室温。加 20 mL 缓冲溶液(17.2.8),补加(2~3)滴二甲酚橙指示剂(17.2.15)。用与 EDTA 标准溶液相对应浓度的硝酸铋标准溶液(17.2.11 或 17.2.14)滴至稳定红色,用与先前所加同一浓度的 EDTA 标准溶液(17.2.12 或 17.2.13),慢慢滴定至亮黄(绿)色,即为终点。

17.5 分析结果计算

17.5.1 氧化铁量用质量分数 $w(\text{Fe}_2\text{O}_3)$ 计,数值以 % 表示,按式(31)计算:

前 言

本标准代替 GB/T 16555.1~16555.6—1996《碳化硅耐火材料化学分析方法》、GB/T 13245—1991《含碳耐火材料化学分析方法 燃烧重量法测定总碳量》、GB/T 13246—1991《含碳耐火材料化学分析方法 CyDTA 容量法测定氧化镁量》,与其相比变化如下:

- 将各标准合并按章编写,并对标准的结构和格式进行了调整,同时变更了标准的名称;
- 增加了术语和定义;
- 新制定了红外吸收法测定总碳量;
- 新制定了惰性气体保护熔融热导法测定总氮量;
- 新制定了铁盐置换 EDTA 容量法测定游离铝量;
- 新制定了 EDTA 容量法测定氧化铁;
- 增加了气体容量法测定游离铝量;
- 增加了间接法测定游离碳量;
- 增加了灼烧减量的测定方法;
- 增加了直接法测定碳化硅量;
- 增加了氢氟酸挥发重量法测定碳化硅量;
- 增加了热处理减量的测定方法;
- 修改了游离碳的测量温度;
- 扩展了分析方法的测定范围;
- 修改了分析方法的允许误差。

本标准的附录 A 是规范性附录。

本标准由全国耐火材料标准化技术委员会(SAC/TC 193)提出并归口。

本标准起草单位:中钢集团洛阳耐火材料研究院、中冶集团武汉冶建技术研究有限公司。

本标准主要起草人:梁献雷、吴嘉旋、杨红、曹海洁、曾静、郭秋红、陈宁娜、李丽萍、林炳熹。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 16555.1~16555.6—1996;
- GB/T 13245—1991;
- GB/T 13246—1991。