

前 言

本标准参考德国标准 DIN51075《陶瓷材料的测试 碳化硅化学分析方法》(1982 年版)的第 1 部分《试样制备及碳化硅量的计算》,第 2 部分《游离碳量的直接测定》和第 3 部分《总碳量的测定》。

为了适合我国的国情,本标准将游离碳的测定、总碳的测定以及碳化硅的计算等三部分内容合并到一起,并另行规定了碳化硅的允许差。

由于碳化硅耐火材料中游离碳被玻璃相包裹的可能性较大,本标准改用粒度小于 0.088 mm 的试样。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准由全国耐火材料标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位:冶金工业部洛阳耐火材料研究院。

本标准起草人:黄卫国、李丽萍。

中华人民共和国国家标准

碳化硅耐火材料化学分析方法 吸收重量法测定碳化硅量

GB/T 16555.1—1996

Chemical analysis for silicon carbide refractories—
Determination of silicon carbide—
Absorb gravimetric method

1 范围

本标准规定了吸收重量法测定游离碳量、总碳量和碳化硅量的方法提要、试剂和材料、仪器设备、试样、分析步骤、分析结果的表述及允许差。

本标准适用于碳化硅耐火材料中游离碳量、总碳量和碳化硅量的测定。

测定范围：游离碳 0.10%~5.00%，总碳 \geq 15.00%，碳化硅 \geq 45.00%。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。在标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 2007.1—87 散装矿石产品取样、制样通则 手工取样方法

GB 2007.2—87 散装矿石产品取样、制样通则 手工制样方法

GB 8170—87 数值修约规则

GB 10325—88 耐火制品堆放、取样、验收、保管和运输规则

3 方法提要

试料在 750℃ 氧气流中加热，游离碳氧化成二氧化碳，用装有碱石棉的吸收管吸收后称量，由吸收管的增量计算试料游离碳量。另取一份试料加上助熔剂后在 1050℃ 氧气流中加热，各种化学形态的碳全部氧化成二氧化碳，按类似的方法吸收、称量并计算出试料总碳量。由总碳量与游离碳量之差乘以碳化硅对碳的换算系数得出碳化硅量。

4 试剂和材料

4.1 碱石棉：二氧化碳吸收率 \geq 20%。(m/m)，含水量 \leq 10%(m/m)，粒度 0.9~2.0mm。

4.2 无水高氯酸镁(粒度 0.9~2.0mm)。

4.3 活性二氧化锰(粒度 0.5~2.0mm)。

4.4 氧气(纯度 \geq 99.5%)。

4.5 硼酸铅：45g 氧化铅(PbO)与 7g 氧化硼混匀后于 950℃ 熔融 10min，冷却后破碎至 0.9mm 以下，置于磨口瓶中。

4.6 真空油脂(2[#])。

4.7 玻璃棉

国家技术监督局 1996-09-27 批准

1997-03-01 实施

5 仪器设备

5.1 单体仪器设备

5.1.1 干燥塔:250~500mL,上部装碱石棉,下部装无水高氯酸镁,中间和出气管处用玻璃棉封堵,磨口部分涂以真空油脂。

5.1.2 管式炉:额定温度 $\geq 1100^{\circ}\text{C}$,能对炉温进行设定和自动控制,设定误差: 750°C 时不大于 $\pm 10^{\circ}\text{C}$, 1050°C 时不大于 $\pm 20^{\circ}\text{C}$ 。

5.1.3 瓷管:600 mm \times 25 mm \times 20 mm,新瓷管应于 1100°C 分段灼烧后方可使用。

5.1.4 瓷舟:长88 mm,于 1100°C 灼烧1h,冷却后置于涂有硅脂的干燥器中备用。

5.1.5 除硫除水管:150 mm \times 15 mm 具塞具支U型管,进气端的1/3空腔装活性二氧化锰,其余空腔装无水高氯酸镁,二者之间及出气支管处用玻璃棉封堵,磨口部分涂以真空油脂。

5.1.6 吸收管:100 mm \times 13 mm 具塞具支U型管,进气端的4/5空腔装碱石棉,其余空腔装无水高氯酸镁,两端支管处以玻璃棉封堵,磨口部分涂以真空油脂。

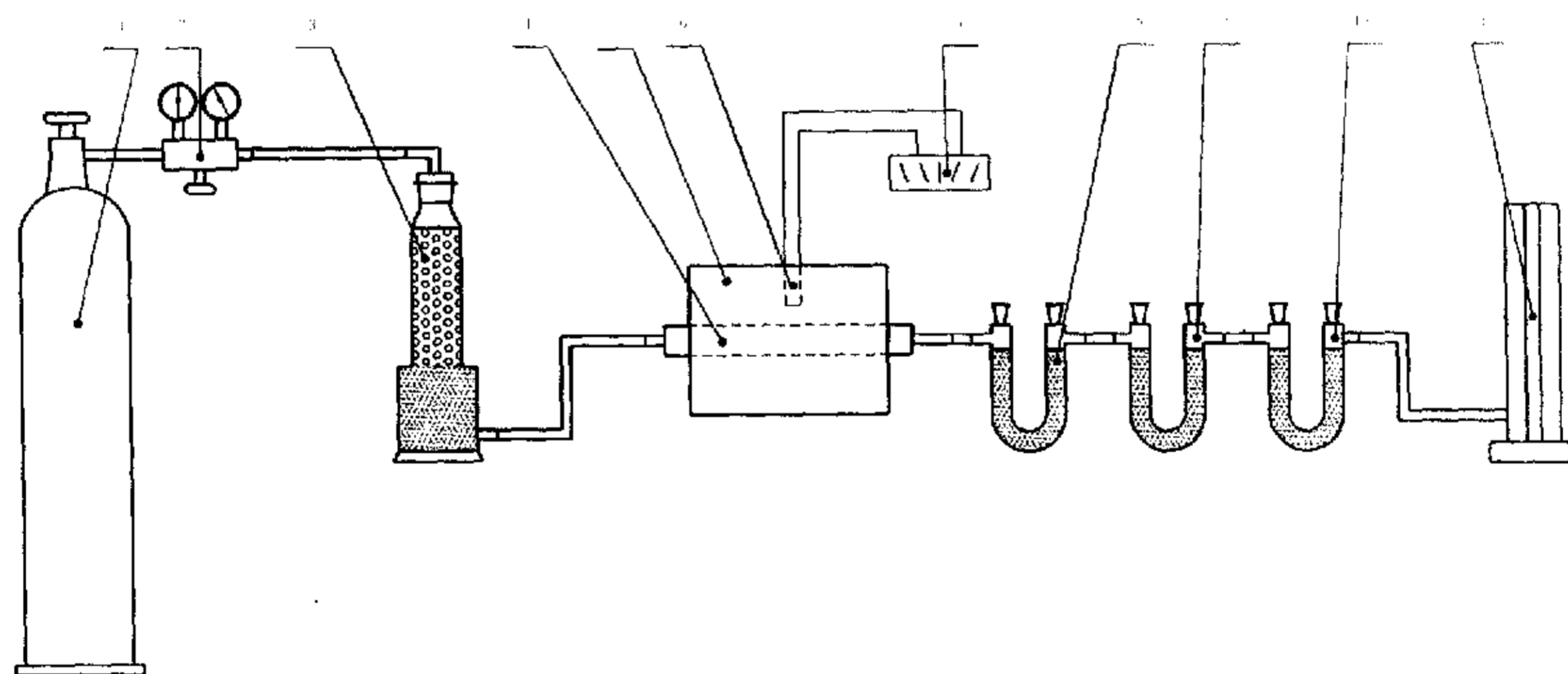
5.1.7 长钩:用低碳耐热合金丝制成,长约300 mm。

5.1.8 流量计:0~100 mL/min。

5.1.9 天平:精度0.0001g。

5.2 测量装置

测量装置见图1:



1 氧气钢瓶;2 氧气减压阀;3 干燥塔(5.1.1);4 瓷管(5.1.3);
5 管式炉(5.1.2);6 热电偶;7 温度控制器;8 除硫除水管(5.1.5);
9、10 吸收管(5.1.6);11 流量计(5.1.8)

图1 测量装置

6 试样

6.1 实验室样品的采制

对定型制品,按GB 10325-88第3章采样,在切(钻)取有关的物理检验用试样后,将剩余部分的表皮除去,然后各取100 g以上,合并作为实验室样品;对不定形材料,可按GB 2007.1和GB 2007.2分别进行采样和制样。

6.2 试样的制备

对定型制品,将6.1所得实验室样品全部破碎至2.0 mm以下,缩分出100 g,再用钢研钵击碎至0.9 mm以下,缩分出25 g,然后用钢研钵反复击碎至全部通过0.088 mm筛,并用磁铁吸除引入的铁;

对不定形材料,从 6.1 所得实验室样品中缩分出 25 g,用钢研钵反复击碎至全部通过 0.088 mm 筛,用磁铁吸除引入的铁。

最后将试样于 110℃ 烘 2 h,置于干燥器中冷至室温。

7 分析步骤

7.1 试料

游离碳的测定称取 1.0~1.5 g 试料,精确至 0.0001 g,总碳的测定称取 0.10~0.15 g 试料,精确至 0.0001 g。各称取两份试料进行测定。

7.2 空白试验

对每批硼酸铅应进行二次空白试验,以二次试验中吸收管增量的平均值作为使用该批硼酸铅为熔剂测定总碳量的空白值。

7.3 校正试验

随同试样分析同类标准样品。

7.4 测定

7.4.1 测量装置的检查

测量装置不允许漏气,应检查合格后方可进行测定。

7.4.2 游离碳的测定

7.4.2.1 吸收管的恒量

将炉温设定为 750℃,通电升温。开通除硫除水管、吸收管和氧气,调节减压阀使氧气流量为 40 mL/min。恒温后吸收 20 min。关闭并取下吸收管,用绸布擦净,置于干燥器中冷至室温后称量。如此反复吸收(每次 10 min)和称量,直至前后两次称量之差不大于 0.0002 g。

7.4.2.2 试料的测定

接入吸收管并开通活塞,从瓷管进气端用长钩将均匀载有试料的瓷舟推入高温区并立即塞紧塞子,30 min 后关闭并取下吸收管,用绸布擦净,置于干燥器中冷至室温后称量。

7.4.3 总碳的测定

7.4.3.1 吸收管的恒量

按 7.4.2.1 进行,只是炉温改为 1050℃,氧气流量改为 80 mL/min。

7.4.3.2 试料的测定

接入吸收管并开通活塞,将试料均匀铺在瓷舟内,覆盖 2.0 g 硼酸铅后从瓷管进气端用长钩推入高温区并立即塞紧塞子。20 min 后关闭并取下吸收管,用绸布擦净,置于干燥器中冷至室温后称量。

8 分析结果的表述

8.1 分析值的计算

试料游离碳、总碳和碳化硅的质量百分数分别以 C_F 、 C_T 和 SiC 表示,按式(1)、式(2)和式(3)计算:

$$C_F(\%) = \frac{(m_2 - m_1) \times 0.2729}{m} \times 100 \quad \text{.....(1)}$$

$$C_T(\%) = \frac{(m_2 - m_1 - m_0) \times 0.2729}{m} \times 100 \quad \text{.....(2)}$$

$$SiC(\%) = (C_T - C_F) \times 3.338 \quad \text{.....(3)}$$

式中: m_2 ——吸收管与二氧化碳的质量, g;

m_1 ——吸收管的质量, g;

m_0 ——测定总碳量的空白值, g;

m ——试料的质量, g;

0.272 9——二氧化碳换算成碳的系数；

3.338——碳换算成碳化硅的系数；

所得结果均按 GB 8170 的进舍规则修约至小数第二位。

8.2 分析值的验收

检查校正试验中标准样品的分析值与其标准值是否一致。只有当标准样品的分析值与其标准值一致时,试样中该成分的分析值才有效,方能按 8.3 进行该成分最终结果的计算,否则应重新进行该成分的测定。

8.3 最终结果的计算

当所得的二个有效分析值之差的绝对值不大于其对应的允许差(见表 1)时,计算其算术平均值,按 GB 8170 的进舍规则修约至小数第二位作为该成分的最终结果,否则按附录 A(标准的附录)进行追加分析和数据处理,以所得平均值按 GB 8170 的进舍规则修约至小数第二位作为该成分的最终结果。

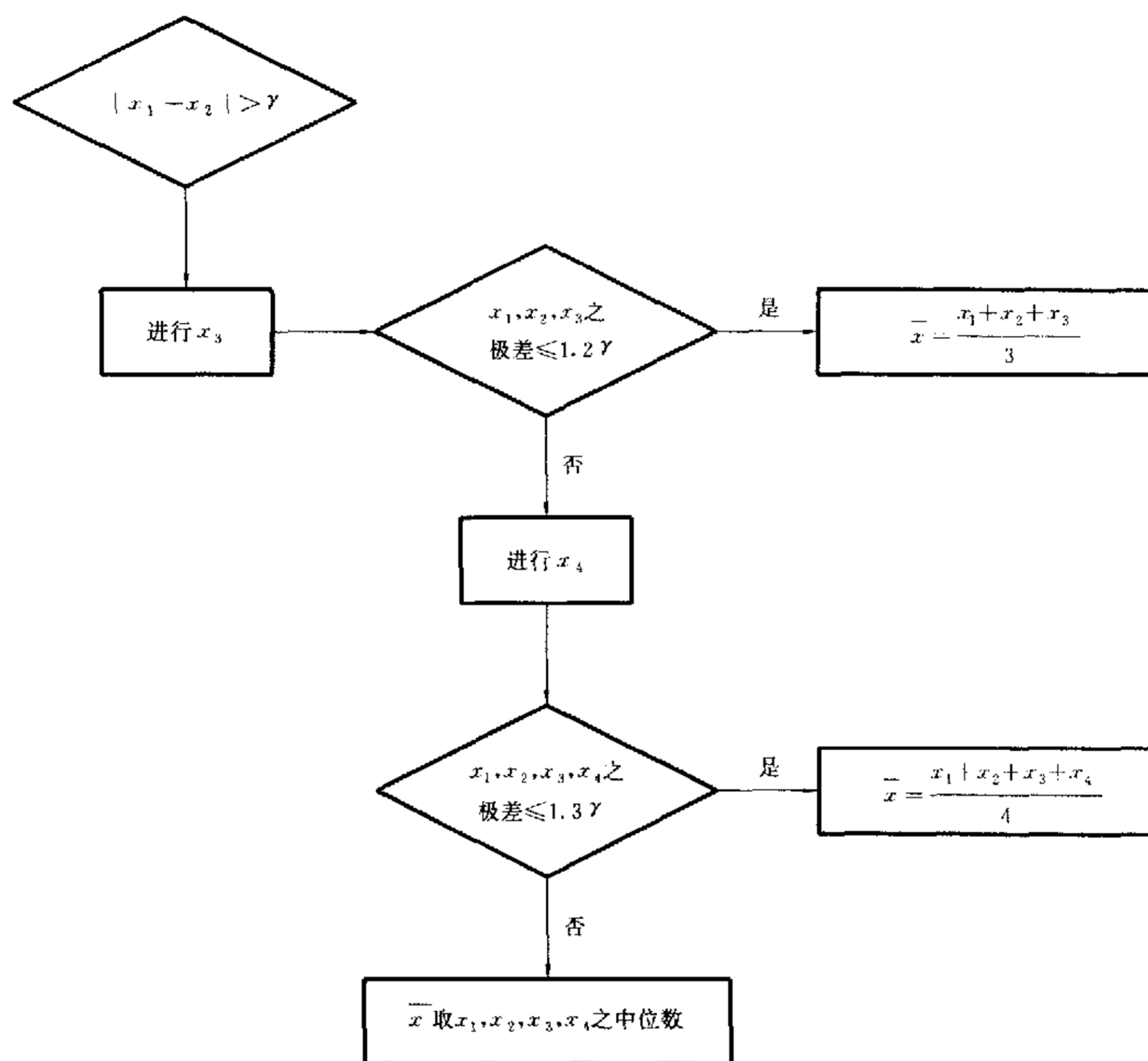
9 允许差

在重复性条件下所得二个单次分析值的允许差见表 1。

表 1 允许差 (%)

成分	含量范围	允许差
游离碳	0.10~1.00	0.05
	1.01~3.00	0.10
	3.01~5.00	0.20
总碳	15.00~25.00	0.35
	>25.00	0.40
碳化硅	45.00~65.00	0.90
	65.01~85.00	1.10
	>85.00	1.30

附录 A
(标准的附录)
追加分析和数据处理程序



上述: x_i —— 单次分析值;
 γ —— 允许差。