

前 言

本标准编写规则是根据 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第1单元:标准的起草与表达规则第1部分:标准编写的基本规定》进行的。

本标准的碳化硅耐火材料中碳化硅的测定在方法原理、试剂材料、仪器设备、试样、分析步骤及结果计算上是与 JIS R6124 相当的。

本标准一经正式发布,GB 4512—84《小型加热炉用滑轨砖和座砖中碳化硅的化学分析方法》同时作废。

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:武汉冶金建筑研究所。

本标准主要起草人:冯毅、林炳熹。

中华人民共和国国家标准

碳化硅耐火材料化学分析方法 气体容量法测定碳化硅量

GB/T 16555.2—1996

Chemical analysis for silicon carbide refractories—
Determination of silicon carbide—
Gas volumetric method

1 范围

本标准规定了气体容量法测定游离碳量、总碳量和碳化硅量的方法提要和原理、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。

本标准适用于不含石墨的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 3.00%~15.00%，碳化硅 5.00%~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/T 8170 数值修约规则

GB/T 2007.1—87 散装矿石产品取样、制样通则 手工取样方法

GB/T 2007.2—87 散装矿石产品取样、制样通则 手工制样方法

GB/T 10325—88 耐火制品堆放、取样、验收、保管和运输规则

3 方法提要和原理

试料在 750℃氧气流中加热，游离碳氧化成二氧化碳，以氢氧化钾溶液吸收二氧化碳，由吸收前后体积之差计算出游离碳量。另取一份试料，加上助熔剂后在高温氧气流中加热，各种化学形态的碳全部氧化成二氧化碳，按同样的方法测定总碳量，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 氧化铜（线状或粉状）

4.2 氧气

5 仪器设备

测量装置见图 1。

5.1 洗气瓶 3：内装浓硫酸至瓶高 1/3 处；洗气瓶 4：内装高锰酸钾-氢氧化钾溶液（称取氢氧化钾 30 g 溶于饱和高锰酸钾溶液 70 mL 即可）至瓶高 1/3 处。

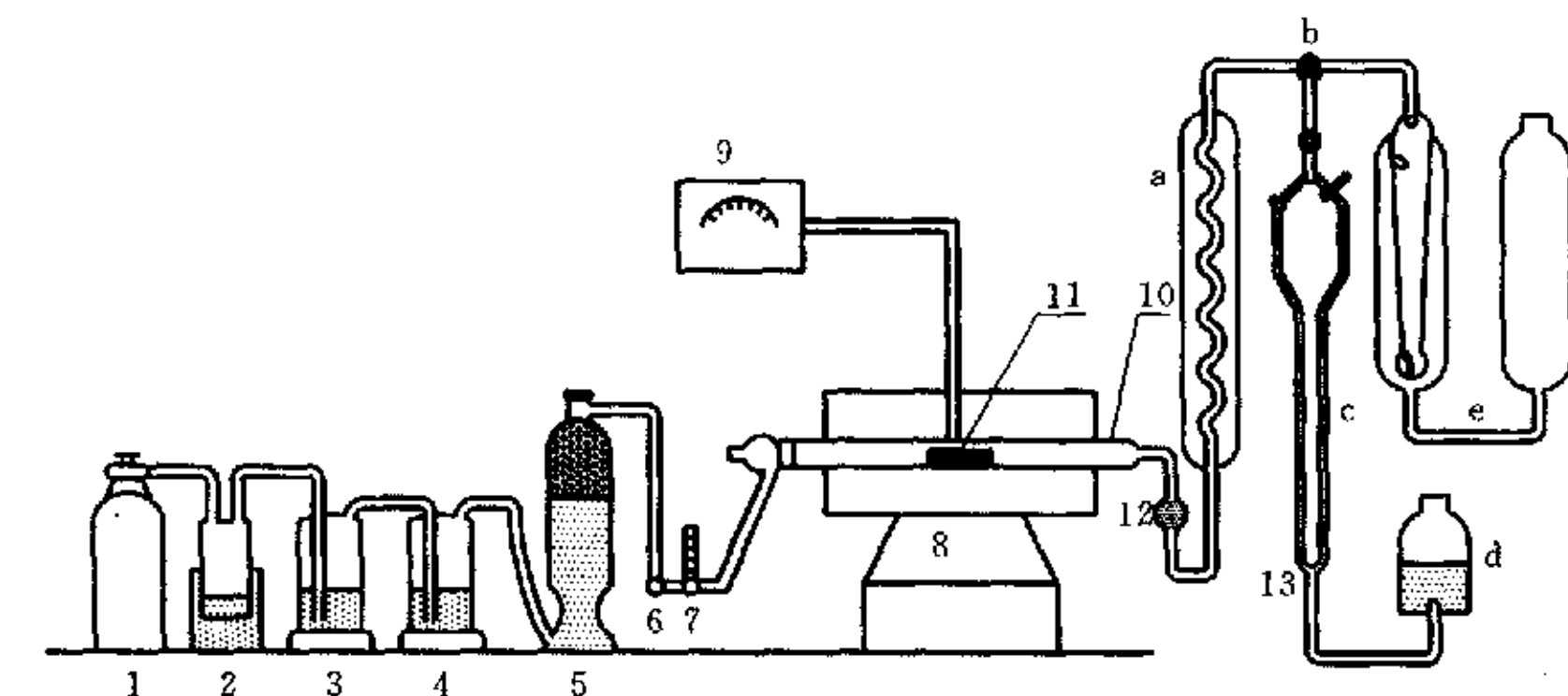
5.2 干燥塔 5：上层装无水氯化钙，下层装碱石棉，顶端、中间及底部均铺放玻璃棉。

国家技术监督局 1996-09-27 批准

1997-03-01 实施

5.3 管式炉 8:温度可达 1 350℃,并附有热电偶与温度自动控制器。

5.4 瓷管 10:长约 600 mm,内径 20~25 mm,使用前分段灼烧除碳并检查是否漏气。连接瓷管用硅橡胶橡皮塞。



1—氧气瓶;2—氧气缓冲筒;3,4—洗气瓶;5—干燥塔;6—供氧活塞;7—转子流量计;
8—高温管式炉;9—高温计;10—瓷管;11—瓷舟;12—除硫管;13—容量定碳仪
(包括:冷凝管 a、三通活塞 b、量气管 c、水准瓶 d、吸收器 e)

图 1 测量装置

5.5 瓷舟 11:长 88~97 mm,使用前应在 1 000℃高温炉中灼烧 1 h。冷却后贮于盛有碱石棉或石灰及无水氯化钙的未涂油脂的干燥器中备用。

5.6 除硫管:长约 100 mm,直径 10~15 mm 的玻璃管,内装颗粒活性二氧化锰(或粒状钒酸银),两端塞有脱脂棉。

5.7 定碳仪(气体体积测量仪):部件及装置见图 1 的 13。定碳仪应装置在距离管式炉 300 mm 以外的地方,并避免阳光直接照射。

5.7.1 量气管 c:量气管读数部分有两种:30 mL 的刻度精确至 0.05 mL,90 mL 的刻度精确至 0.2 mL。当碳量小于 5% 时用 30 mL 量气管的定碳仪,大于 5% 时用 90 mL 量气管的定碳仪。量气管插有温度计,测量气体温度。量气管必须保持清洁,不得附着水滴。

5.7.2 水准瓶 d:内装酸性水[于 1000 mL 硫酸(1+1000)中加数滴 0.1% 甲基橙溶液,使溶液呈淡红色,混匀]。

5.7.3 吸收器 e:内盛氢氧化钾溶液(0.4 g/mL)。

5.8 水银气压计。

5.9 长钩:用低碳镍铬丝或耐热合金丝制成。

6 试样

6.1 实验室样品的采制

对定型制品,按 GB/T 10325—88 第三章采样,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/T 2007.1 和 GB/T 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 0.5~1.0 g 试料,精确至 0.000 1 g。总碳的测定称取 0.1~0.2 g 试样,精确至 0.000 1 g。各称取两份试料进行测定。

7.2 空白试验

在测量试料的前后须做空白试验。做试料分析时,应从其测量值中扣除所有的空白值。

7.3 测定

7.3.1 装置的检查 and 准备:将炉温升至 $1\,250 \pm 20^\circ\text{C}$,检查管路及活塞是否漏气,调节并保持仪器装置在正常的工作状态。用同类标准样品按 7.3.3 的规定测量,以检查仪器装置,达到要求后方能进行试样分析。

7.3.2 游离碳的测定:将炉温保持在 $750 \sim 780^\circ\text{C}$ 。将试料(7.1)平铺于瓷舟(5.5)内,用长钩将瓷舟推至瓷管高温区,立即塞紧橡皮塞,预热 5 min 后,调节氧气流速 250 mL/min 左右,按定碳仪操作规程操作。记录读数(mL)。

7.3.3 总碳的测定:将试料(7.1)平铺于瓷舟(5.5)内,以氧化铜(4.1)2.5 g 均匀覆盖。炉温升至 $1\,250 \pm 20^\circ\text{C}$ 。将瓷舟用长钩推至瓷管高温区,立即塞紧橡皮塞,预热 5 min 后,调节氧气流速 250 mL/min 左右,按定碳仪操作规程操作,记录读数(mL)。启开橡皮塞,用长钩将瓷舟拉出。检查试料是否燃烧完全,如燃烧不完全须重新分析。测定后应空通一次,才能接着做下一个试料。

7.3.4 测定完毕后用同类标准样品按 7.3.2 或 7.3.3 规定测量,以检查仪器装置,达到要求后分析结果方为有效。

8 分析结果的表述

8.1 分析值的计算

试料游离碳、总碳的质量百分数 C_F 、 C_T 按式(1)计算,碳化硅的质量百分数按式(2)计算:

$$C_F, C_T(\%) = \frac{0.000\,500\,0 \times V \times f}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$\text{SiC}(\%) = (C_T - C_F) \times 3.338 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: V ——吸收前后气体的体积差,即二氧化碳体积(扣除空白值),mL;

f ——测定时,温度、气压校正系数,见 GB/T 223.69 的附录 A;

m ——试料的质量,g;

0.000 500 0——温度 16°C ,气压 101.3 kPa、用酸性水作封闭液时的换算系数,g/mL;

3.338——碳换算成碳化硅的系数。

所得结果按 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

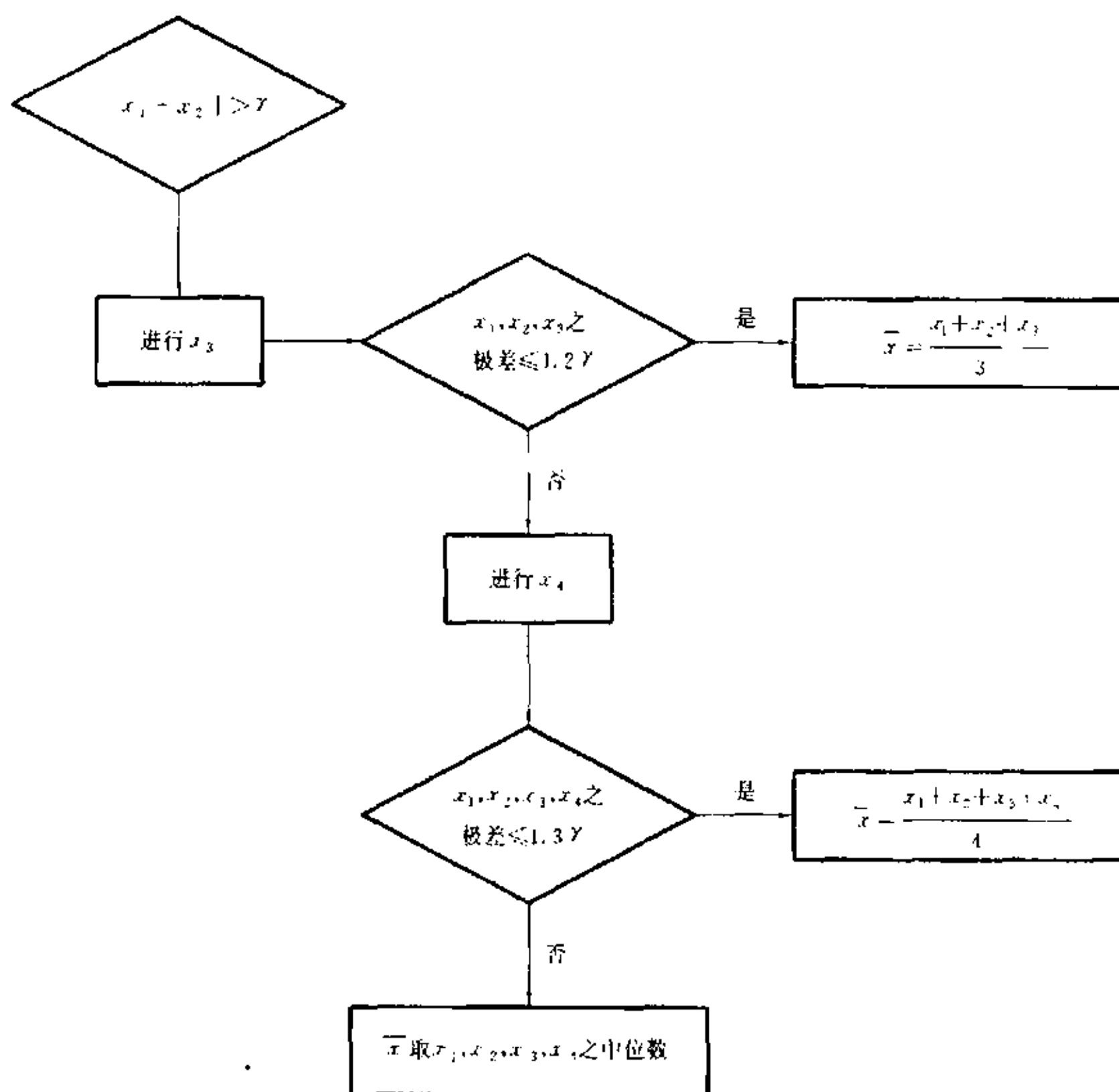
在重复性条件下所得二个单次分析值的允许差见表 1。

表 1 允许差

%(m/m)

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	5.00~5.00	0.20
	5.01~10.00	0.25
	>10.00	0.30
碳化硅	5.00~15.00	0.55
	15.01~35.00	0.70
	>35.00	0.90

附录 A
(标准的附录)
追加分析和数据处理程序



上述 x_i 为单次分析值;
 γ 为允许差。