

## 前 言

本标准参考罗马尼亚标准 STAS9281/5—74《碳化硅耐火材料 二氧化硅量的测定》中第一种方法。

为了保护铂坩埚,本标准以无水碳酸钠和硼酸配制成的混合熔剂代替无水碳酸钠与硝酸钾为熔剂分解试样。

由于游离硅量的测定是本系列标准中的一个独立部分,本标准在计算二氧化硅的公式中减去了游离硅。

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 测定二氧化硅量

GB/T 16555.6—1996

Chemical analysis for silicon carbide refractories—  
Determination of silicon dioxide

### 1 范围

本标准规定了测定二氧化硅量的方法提要、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  $\text{SiC} \leq 15\%$  的碳化硅耐火材料中二氧化硅量的测定。

测定范围：二氧化硅  $\geq 20.00\%$ 。

### 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 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 8170 数值修约规则

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

试料用混合熔剂熔融，盐酸浸取，加热浓缩至湿盐状，加甲基纤维素凝聚，将沉淀洗涤、过滤并灼烧至恒量。用氢氟酸除硅后再次灼烧至恒量。以两次的质量差作为试料的主硅量。再将残渣熔融浸出，合并到主硅滤液中，以钼兰光度法测定其残硅量。主硅量与残硅量之和即为试料总硅量。由试样总硅量减去其碳化硅和游离硅的量计算出二氧化硅量。

### 4 试剂和材料

4.1 混合熔剂：4份质量的无水碳酸钠与1份质量的硼酸研细并混匀。

4.2 盐酸( $\rho=1.19\text{g/cm}^3$ )。

4.3 盐酸(1+5)。

4.4 盐酸(5+95)。

4.5 硫酸(1+1)。

4.6 氢氟酸( $\rho=1.13\text{g/cm}^3$ )。

4.7 甲基纤维素(1.5 g/L)：称取0.15 g甲基纤维素于塑料杯中，加100 mL水溶解，放置4 h后使用，用前摇匀。

4.8 硝酸银溶液(10 g/L)。

4.9 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 24\text{H}_2\text{O}]$ 溶液(50 g/L)。

国家技术监督局1996-09-27批准

1997-03-01实施

4.10 硫酸亚铁铵 $[\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶液(40 g/L):称取 4g 硫酸亚铁铵溶于水中,加 5mL 硫酸(4.5),用水稀释至 100 mL,混匀、过滤。

4.11 混合酸:称取 15 g 草酸( $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )溶于 250 mL 硫酸(1+8)中,用水稀释至 1 000 mL。

4.12 二氧化硅标准贮存液(1.0000 mg/mL):称取 0.5000 g 预先在 1 000℃灼烧 2 h 并冷至室温的二氧化硅(99.99%)于铂坩埚内,加 4 g 无水碳酸钠混匀,再覆盖 1 g 无水碳酸钠,盖上坩埚盖并稍留缝隙,于 1 000℃高温炉内熔融 5~10 min 后取出冷却,置于聚四氟乙烯烧杯中,用 100 mL 沸水浸取,用热水洗出坩埚和盖,冷至室温后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀后移入塑料瓶中保存。

4.13 二氧化硅标准溶液(0.0100 mg/mL):移取 5.00 mL 二氧化硅标准贮存液(4.12)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀后移入塑料瓶中。

## 5 仪器设备

5.1 天平(精度 0.0001 g)。

5.2 分光光度计。

5.3 铂坩埚(30 mL)。

## 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

称取 0.25~0.50 g 试样,精确至 0.0001 g,用二份试料进行测定。

### 7.2 空白试验

随同试样作一次空白试验。

### 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 将试料置于铂坩埚(5.3)内,放入 1 100℃高温炉内烧 10~15 min,取出冷却。加 2 g 混合溶剂搅匀,再覆盖 0.5 g 混合熔剂,加盖并稍留缝隙,先于 750~800℃高温炉内加热 30 min,再将炉温逐渐升至 1 100℃,待试样完全分解,取出,旋转坩埚使熔体附着于坩埚壁内冷却。

7.4.2 将坩埚直立于 200 mL 烧杯中,加 20 mL 水于坩埚中,浸泡 3 h,加 10 mL 盐酸(4.2)于烧杯中,用水将坩埚外壁和坩埚盖洗净。向坩埚内加入 12 mL 盐酸(4.3),于电炉板上加热浸取残余熔体,将坩埚内的溶液并入原烧杯中,将坩埚洗净。往烧杯中加入 8 mL 盐酸(4.2),于电炉板上低温加热浓缩至湿盐状态,取下,冷却,加 2 mL 盐酸(4.2)搅拌,加少许纸浆和 3 mL 甲基纤维素溶液搅拌 1 min,放置 5 min 后用中速定量滤纸过滤,滤液承接于 250 mL 容量瓶中,用热盐酸(4.4)洗涤烧杯和玻棒,用一小片滤纸

擦洗,使沉淀全部转移到滤纸上。用热盐酸(4.4)将沉淀洗至白色,再用热水洗至无氯离子(用硝酸银溶液检查)。

7.4.3 将所得沉淀连同滤纸包好,放入铂坩埚(5.3)内,小心烘干、灰化。置于500℃高温炉中,逐渐升至1 050~1 100℃,灼烧1h,取出置于干燥器中冷至室温,称量。反复灼烧(每次15 min)至恒量。

7.4.4 灼烧后的沉淀用水润湿,加硫酸(4.5)4滴,加氢氟酸5 mL,于电炉板上低温蒸发至冒尽白烟。然后置于1 050~1 100℃高温炉内灼烧15 min,取出,置于干燥器中冷至室温后称量。如此反复操作,直至恒量。

7.4.5 于盛有残渣的坩埚(7.4.4)中加0.5 g混合熔剂,于1 050~1 100℃高温炉内熔融2~3 min,取出,冷却。加6 mL盐酸(4.3)于铂坩埚内,于电炉板上加热浸取,溶液并入原滤液(7.4.2)中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.4.6 移取10.00 mL溶液(7.4.5)于100 mL容量瓶中,加10 mL水和5 mL钼酸铵(4.9),摇匀,放置10~30 min。加30 mL混合酸(4.11),立即加入5 mL硫酸亚铁铵(4.10),用水稀释至刻度,摇匀。

7.4.7 用3 cm比色皿,于分光光度计波长690 nm处,以空白溶液(6.2)为参比,测量其吸光度,然后从工作曲线(7.5)上查出对应的二氧化硅量。

## 7.5 工作曲线的绘制

移取0.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL标准溶液(4.13)于一组100 mL容量瓶中,加2.5 mL盐酸(4.3),加水至20 mL,以下按7.4.6和7.4.7,以试剂空白作参比测量其吸光度,绘制标准曲线。

## 8 分析结果和表述

### 8.1 分析值的计算

8.1.1 按式(1)计算总硅的质量百分数  $\text{SiO}_{2\text{T}}$ :

$$\text{SiO}_{2\text{T}}(\%) = \frac{m_1 - m_2 + m_3}{m \times \frac{10}{250}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $m_1$ ——氢氟酸处理前沉淀与坩埚的质量,g;

$m_2$ ——氢氟酸处理后沉淀与坩埚的质量,g;

$m_3$ ——从工作曲线上查得的二氧化硅量,g;

$m$ ——试料的量,g。

所得结果按GB 8170的进舍规则修约至小数第二位。

8.1.2 按式(2)计算二氧化硅的质量百分数  $\text{SiO}_2$ :

$$\text{SiO}_2(\%) = \text{SiO}_{2\text{T}} - \text{SiC} \times 1.498 - \text{Si} \times 2.14 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:  $\text{SiC}$ ——试样中碳化硅量,%;

$\text{Si}$ ——试样中游离硅量,%;

1.498——碳化硅换算成二氧化硅的系数;

2.14——游离硅换算成二氧化硅的系数。

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。

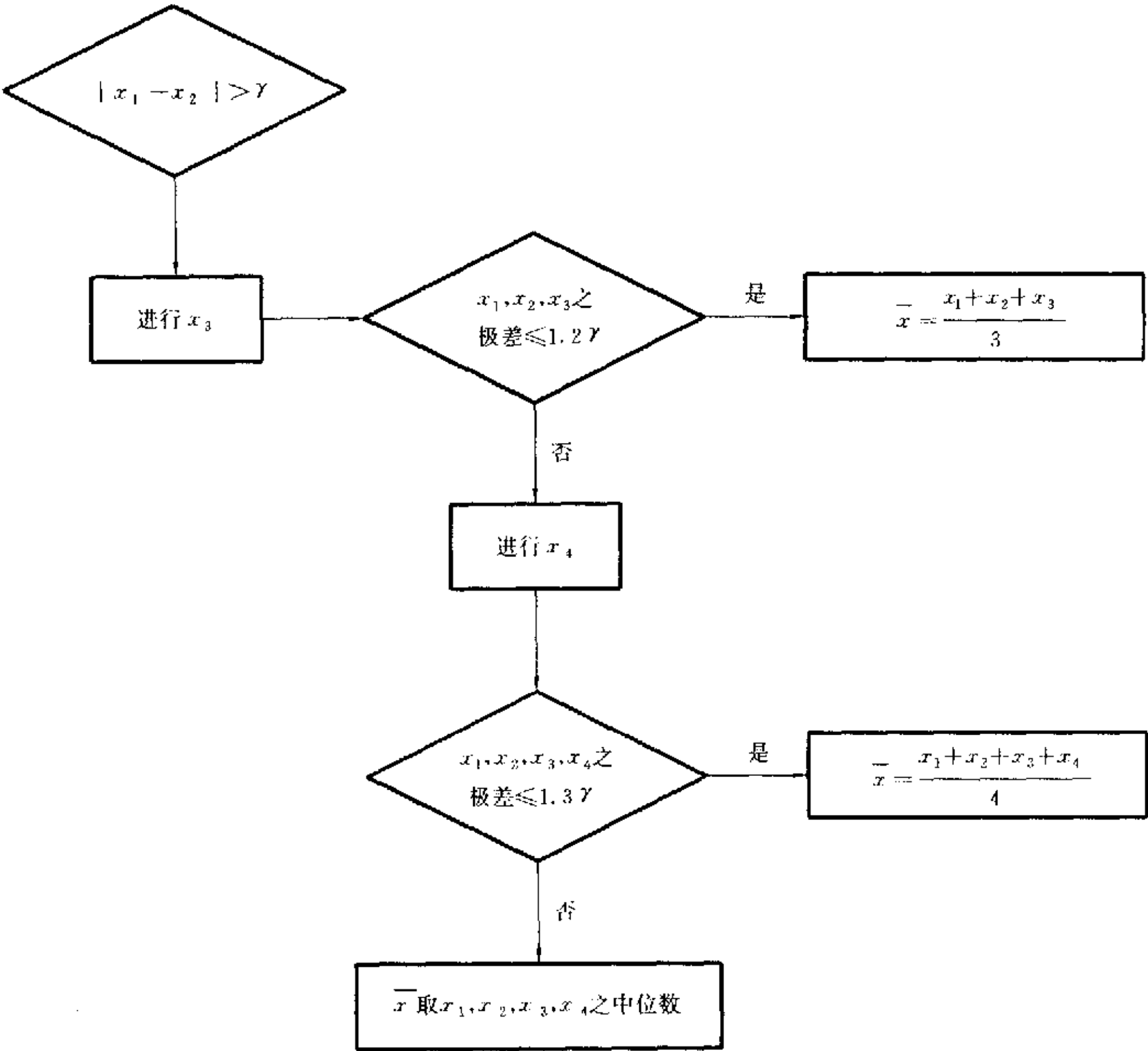
## 9 允许差

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 %

含量范围	允许差
20.00~50.00	0.50
50.01~80.00	0.70

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;  
 $\gamma$  允许差。