

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。

本标准对碳化硅耐火材料中三氧化二铁的测定在方法提要、试剂、仪器、分析步骤及结果计算上与 JIS R6124 的相应规定是相同的。

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：林炳熹、冯毅。

中华人民共和国国家标准

碳化硅耐火材料化学分析方法 邻二氮杂菲光度法测定三氧化二铁量

GB/T 16555.5—1996

Chemical analysis for silicon carbide refractories—
Determination of ferric oxide—
o-Phenanthroline photometric method

1 范围

本标准规定了邻二氮杂菲光度法测定三氧化二铁的方法提要、试剂、仪器、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三氧化二铁量的测定。

测定范围：三氧化二铁 0.05%~4.00%。

本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法的总则及一般规定》。

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 8170 数字修约规则

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 10325—88 耐火制品堆放、取样、验收、保管和运输规则

3 方法提要

试料用镍(或银)坩埚碱熔出后，经分离硅、镍(或银)离子，用盐酸羟胺将铁(Ⅲ)还原成铁(Ⅱ)，在弱酸性溶液中铁(Ⅱ)与邻二氮杂菲形成红色络合物，于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。

4 试剂

4.1 氢氧化钠。

4.2 硝酸钾。

4.3 盐酸(1+9)。

4.4 盐酸($\rho=1.19\text{ g/cm}^3$)。

4.5 盐酸(1+1)。

4.6 盐酸(5+95)。

4.7 硝酸($\rho=1.42\text{ g/cm}^3$)。

4.8 氢氟酸(40%)。

4.9 焦硫酸钾。

国家技术监督局 1996-09-27 批准

1997-03-01 实施

- 4.10 氯化铵。
- 4.11 氨水(1+1)。
- 4.12 氯化铵(0.02 g/mL)。
- 4.13 盐酸羟胺溶液(0.1 g/mL)。
- 4.14 邻二氮杂菲溶液(0.01 g/mL):用乙醇(1+1)配制。
- 4.15 醋酸铵溶液(0.2 g/mL)。
- 4.16 三氧化二铁标准贮存液:称取预先在 600℃灼烧 30 min 的三氧化二铁(基准试剂)1.000 0 g 置于烧杯中,用少许水润湿,加 40 mL 盐酸(4.5),低温加热溶解至溶液清亮,冷却,稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 三氧化二铁。
- 4.17 三氧化二铁标准溶液 I:移取 50.00 mL 三氧化二铁贮存液(4.16)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。此溶液 1 mL 含 100.00 μ g 三氧化二铁。
- 4.18 三氧化二铁标准溶液 II:移取 50.00 mL 三氧化二铁标准溶液 I(4.17)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10.0 μ g 三氧化二铁。

5 仪器

分光光度计

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 0.1 g 试样,精确至 0.000 1 g。用二份试料进行测定。

7.2 空白试验

随同试样做空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶。

7.3 校正试验

随同试样分析同类的标准样品。

7.4 测定

7.4.1 将试料置于镍(或银)坩埚中,加入氢氧化钠(4.1)5 g,硝酸钾(4.2)2 g,盖土坩埚盖,稍留缝隙,置于电炉上低温加热至熔剂完全脱水,再移入马弗炉中逐渐升温至 700℃,熔至暗红色并保持 10~15 min,待试料完全分解后,旋转坩埚使熔融物均匀地附着于坩埚内壁,取下冷却。

7.4.2 将坩埚置于盛有 100 mL 沸水的 400 mL 烧杯中,加热使熔融物溶解,用少量盐酸(4.3)洗涤坩埚及盖 1~2 次,并用热水洗净坩埚及盖,于烧杯中加入盐酸(4.4)25 mL,煮沸至试液完全清亮,并在电热板上低温蒸干,取下冷却。

7.4.3 加 20 mL 盐酸(4.5)于烧杯中,静置 3~5 min,加 50 mL 左右沸水,用扁头玻璃棒小心捣碎结块,充分搅拌并煮沸使可溶性盐类溶解,用快速滤纸过滤于 400 mL 烧杯中,用一小片滤纸擦拭烧杯,使沉淀全部转移到滤纸上,用盐酸(4.6)洗涤烧杯 3~4 次,洗沉淀 1~2 次。

7.4.4 将沉淀连同滤纸移入铂坩埚于电炉上,小心烘干碳化后,移入高温炉中,从低温(<400℃)逐渐升高温度,当沉淀灰化完全后,取出冷至室温。

7.4.5 沉淀用水湿润,加 1 mL 硝酸(4.7),5 mL 氢氟酸(4.8),于低温电炉上加热至冒尽白烟,取下,将坩埚移入 600℃ 高温炉中灼烧 10~20 min,取出冷却,加入 1~2 g 焦硫酸钾(4.9),于高温炉中熔融至暗红色透明状,并保持 5~10 min,取出冷却。熔块用热盐酸(4.3)浸出,热水洗净坩埚,试液合并于分离二氧化硅后的滤液中(7.4.3),将滤液浓缩至约 100 mL。

7.4.6 于滤液(7.4.5)中加入氯化铵(4.10)2 g,煮沸 2~3 min,用氨水(4.11)调至试液出现沉淀后过量 3~4 滴(此时试液 pH 值应在 6~10 之间,用 pH 试纸检验),再煮沸 1 min 静置片刻。

7.4.7 待沉淀沉降后,用快速滤纸过滤,并用氯化铵(4.12)热溶液洗杯及沉淀 1~2 次。

7.4.8 沿滤纸上加入热盐酸(4.5)10 mL,使沉淀溶于原烧杯中,用热盐酸(4.6)充分洗涤滤纸至沉淀完全溶解,弃去滤纸,用热水冲洗杯壁,试液加热煮沸 1 min。

7.4.9 试液冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

7.4.10 移取 10 mL(低含量移取 20 mL)试液于 100 mL 容量瓶中,加水至约 50 mL。

7.4.11 加 5 mL 盐酸羟胺溶液(4.13),5 mL 邻二氮杂菲溶液(4.14),10 mL 醋酸铵溶液(4.15),(此时试液 pH 应在 3~6 之间,用 pH 试纸检验),用水稀至刻度,混匀,放置 30 min。

7.4.12 用合适比色皿(见表 1),于分光光度计 510 nm 处,以随同试样的空白为参比,测量其吸光度。

表 1

三氧化二铁量, %	0.050~0.25	0.25~4.00
比色皿, cm	3	0.5
标准曲线	7.5.1 项	7.5.2 项

7.5 标准曲线绘制

7.5.1 分取 0, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00 mL 三氧化二铁标准溶液 II (4.18) 分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加水至约 50 mL,以下按 7.4.11 进行。用 3 cm 比色皿,于分光光度计波长 510 nm 处,以试剂空白为参比,测量其吸光度,绘制标准曲线。

7.5.2 分取 0, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00 mL 三氧化二铁标准溶液 I (4.17) 分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加水至约 50 mL,以下按 7.4.11 进行。用 0.5 cm 比色皿,于分光光度计波长 510 nm 处,以试剂空白为参比,测量其吸光度,绘制标准曲线。

8 分析结果的表述

8.1 分析值的计算

按下式计算三氧化二铁的质量百分数:

$$\text{Fe}_2\text{O}_3(\%) = \frac{m_1}{m \times \frac{V_1}{V}} \times 100$$

式中: m_1 ——由标准曲线上查得三氧化二铁量, g;

m ——试料量, g;

V_1 ——分取试液的体积, mL;

V ——试液总体积, mL。

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 2)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 2。

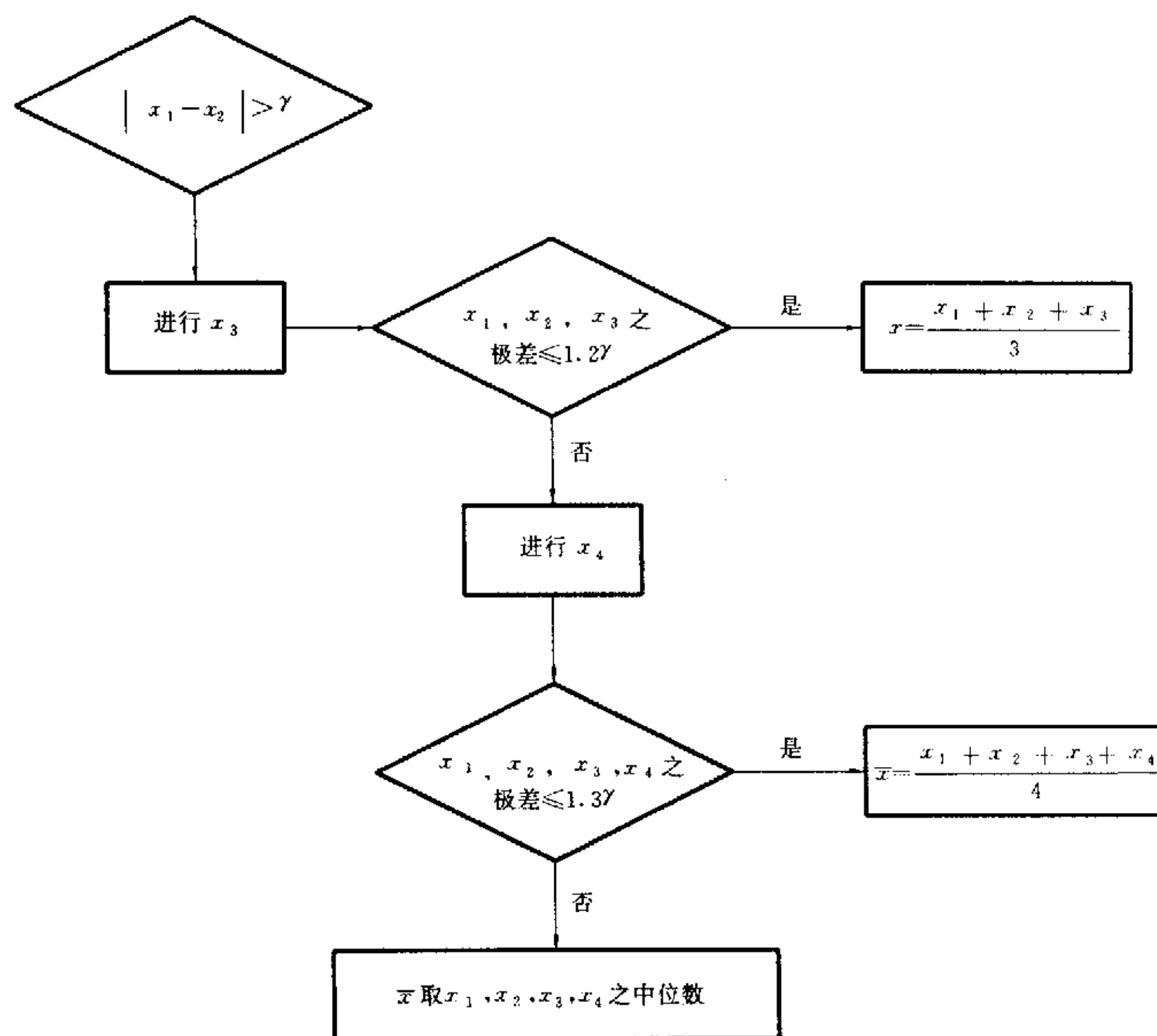
表 2 允许差 %

三氧化二铁含量	允许差
≤ 2.00	0.15
2.01~4.00	0.20

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。