



中华人民共和国国家标准

GB/T 32179—2015

耐火材料化学分析 湿法、原子吸收 光谱法(AAS)和电感耦合等离子体原子 发射光谱法(ICP-AES)的一般要求

Chemical analysis of refractories—General requirements for wet chemical analysis,
atomic absorption spectrometry (AAS) and inductively coupled plasma atomic
emission spectrometry(ICP-AES) methods

(ISO 26845:2008, MOD)

2015-12-10 发布

2017-01-01 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

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 26845:2008《耐火材料化学分析 湿法、原子吸收光谱法 (AAS)和电感耦合等离子原子发射光谱法(ICP-AES)的一般要求》。

本标准与 ISO 26845:2008 相比在结构上有较多调整,附录 A 中列出了本标准与 ISO 26845:2008 的章节编号对照一览表。

本标准与 ISO 26845:2008 相比存在技术性差异,这些差异涉及的条款已通过在外侧页边空白位置的垂直线(|)进行了标示。附录 B 中列出了本标准与 ISO 26845:2008 的技术性差异及其原因一览表。

——关于规范性引用文件,本标准做了具有技术性差异的调整,以适应我国的技术条件,调整的情况集中反映在第 2 章“规范性引用文件”中,具体调整如下:

- 用等同采用国际标准的 GB/T 4470—1998 代替 ISO 6955:1982;
- 用修改采用国际标准的 GB/T 6003.1—1998 代替 ISO 3310-1:2000;
- 增加引用 GB/T 8170;
- 增加引用 GB/T 8322;
- 增加引用 GB/T 10325;
- 增加引用 GB/T 17617;
- 用修改采用国际标准的 GB/T 18930—2002 代替 ISO 836:2001;
- 删除 ISO 31-0;
- 删除 ISO 5022;
- 删除 ISO 6282;
- 删除 ISO 6535-1;
- 删除 ISO 6535-2;
- 删除 ISO 6535-3;
- 删除 ISO 8656-1。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

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。

本标准主要起草单位:中钢集团洛阳耐火材料研究院有限公司、北京利尔高温材料股份有限公司、中冶武汉冶金建筑研究院有限公司。

本标准主要起草人:章艺、赵继增、刘丽、杨红、李丽萍、王本辉、曾静、张丽艳。

耐火材料化学分析 湿法、原子吸收 光谱法(AAS)和电感耦合等离子体原子 发射光谱法(ICP-AES)的一般要求

1 范围

本标准规定了耐火材料化学分析相关的术语和定义、设备、试剂、取样、试样质量、灼烧减量的测定、结果计算、试验结果表示、试验结果的检查和采用及试验报告。

本标准适用于通过湿法、AAS和ICP-AES进行耐火材料制品和原料的化学分析标准的一般要求。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 4470 火焰发射、原子吸收和原子荧光光谱分析法术语(GB/T 4470—1998,ISO 6955:1982,IDT)

GB/T 6003.1 试验筛 技术要求和检验 第1部分:金属丝编织网试验筛(GB/T 6003.1—2012,ISO 3310-1:2000,MOD)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 8322 分子吸收光谱法 术语(GB/T 8322—2008,ISO 6286:1982,NEQ)

GB/T 10325 定形耐火制品验收抽样检验规则(GB/T 10325—2012,ISO 5022:1979,NEQ)

GB/T 17617 耐火原料和不定形耐火材料 取样(GB/T 17617—1998,ISO 8656-1:1988,NEQ)

GB/T 18930 耐火材料术语(GB/T 18930—2002,ISO 836:2001,MOD)

3 术语和定义

GB/T 18930界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

不定形耐火材料干料 **dry unshaped refractories**

不含液体的不定形耐火材料的颗粒和(或)粉末。

3.2

不定形耐火材料湿料 **wet unshaped refractories**

含液体的不定形耐火材料的颗粒和(或)粉末。

3.3

铝硅锆质耐火材料 **alumina-zirconia-silica refractories**

化学成分含有氧化铝(质量分数为1%~80%),氧化锆(包括氧化铪)(质量分数为5%~50%)和二氧化硅(质量分数0.1%~45%)的耐火材料。

4 设备

4.1 光谱仪

4.1.1 原子吸收光谱仪

符合 GB/T 4470 的要求。

4.1.2 火焰光度计

包括独立的火焰发射装置或可在发射模式下使用的原子吸收光谱仪。

4.1.3 电感耦合等离子体原子发射光谱仪

4.1.4 分子吸收光谱仪

符合 GB/T 8322 标准的要求。

4.1.5 分光光度计

4.2 加热装置

4.2.1 加热器

例如麦克燃烧器、本生灯、酒精灯和电炉盘等。

4.2.2 马弗炉

使用温度适合 1 150 °C 以上,且能控温。

4.2.3 沙浴

含有电加热或燃烧器加热铁板,温度至少能够达到 330 °C。

4.2.4 水浴

能够控温,电加热或者燃烧器加热的水加热装置。

4.3 仪器

4.3.1 分析天平

分度值为 0.1 mg。

4.3.2 磁力搅拌器

具有一个使用聚四氟乙烯树脂作涂层的搅拌棒或磁力转子。

4.3.3 滤纸

中速定量滤纸(灰分 $<0.01\%$)。

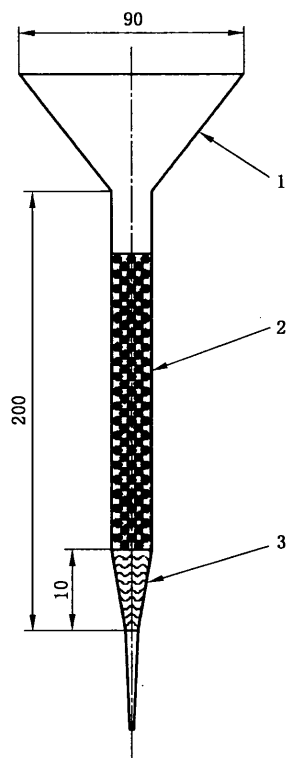
4.3.4 阳离子交换柱

在一个塑料管(直径 12 mm,长 200 mm)里装入塑料绒棉(长 10 mm),一个漏斗固定于塑料管顶

部,尖形的洗液出口位于塑料管下端。

取 18 mL 水膨胀强酸型阳离子交换树脂[含有 8% 的二乙烯苯(DVB),粒径 $75\ \mu\text{m}\sim 150\ \mu\text{m}$]倒入交换柱。根据塑料绒棉的填充情况调整流速至每分钟 $1.0\ \text{mL}\sim 1.5\ \text{mL}$ 。用 120 mL 盐酸(1+2)和 70 mL 水冲洗交换柱。阳离子交换柱的示意图见图 1。

单位为毫米



说明:

- 1——聚丙烯漏斗;
- 2——阳离子交换树脂;
- 3——聚丙烯绒棉。

图 1 阳离子交换柱示意图

4.4 铂金器皿

铂金或铂合金材质。

4.4.1 铂金坩埚

容量是 20 mL 或 30 mL。

4.4.2 铂金皿

高度大约是底面直径的一半,通常使用的容量是 75 mL 或 150 mL。

4.5 玻璃器皿

4.5.1 滴定管

分度值为 0.1 mL,最大容量是 50 mL。

4.5.2 锥形瓶

容量为 500 mL 或 1 000 mL。

4.5.3 干燥器

以干燥后的硅胶作为干燥剂。

4.5.4 玻璃烧杯

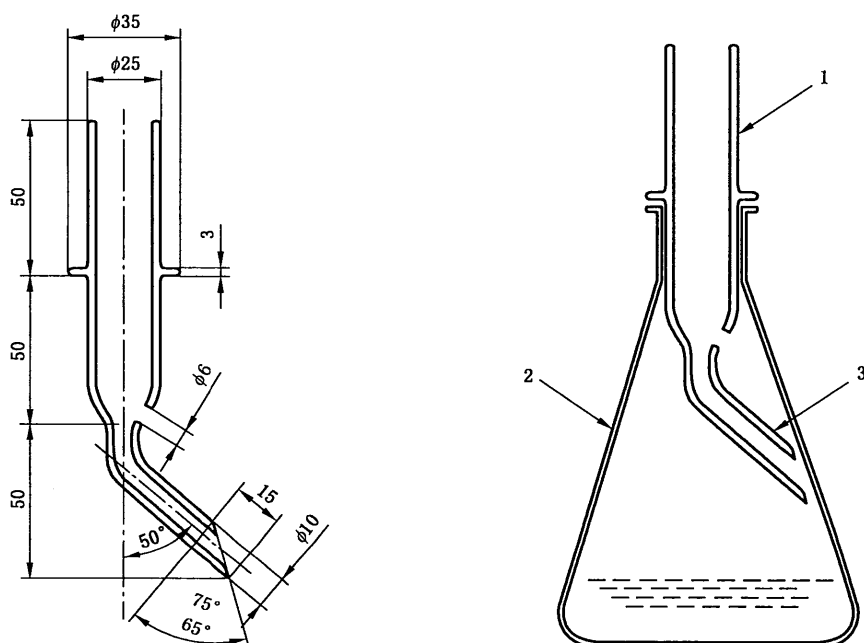
具有合适的容量范围(100 mL、200 mL、300 mL、400 mL、500 mL 等)。

4.5.5 移液管

4.5.6 回流钢头

包含一个漏斗,具有一个弯曲的长嘴且其末端接触到锥形瓶的内壁(见图 2)。

单位为毫米



说明:

- 1——钢头;
- 2——锥形瓶;
- 3——与锥形瓶内壁接触的钢头。

图 2 回流钢头示意图

4.5.7 分离漏斗

具有塞子,容量为 250 mL 或 500 mL。

4.5.8 容量瓶

玻璃材质(100 mL、250 mL、500 mL、1 000 mL 等)。

4.5.9 刻度吸管

例如容量为 5 mL。

4.5.10 表面皿

例如直径为 75 mm。

4.6 陶瓷器皿

4.6.1 瓷皿

例如直径为 125 mm。

4.6.2 瓷坩埚

例如容量为 15 mL。

4.7 塑料器皿

4.7.1 塑料烧杯

例如容量为 100 mL。

4.7.2 聚四氟乙烯烧杯

例如容量为 200 mL,可在硝酸中加热至少 2 h,然后用水洗。

注:聚四氟乙烯烧杯可以用 150 mL 的铂金盘代替。

4.8 pH 计

5 试剂

试验中,除非特别说明,应使用合格的分析纯试剂和蒸馏水或至少与蒸馏水同等纯度的水。

试剂应该符合相应的标准。

5.1 备用试剂

5.1.1 乙酸

质量分数最小为 99.7%。

5.1.2 氯化铝溶液(25 mg/mL)

称取 123.5 g 的氯化铝溶解于水中,稀释至 1 000 mL。

5.1.3 氧化铝溶液(10 mg/mL)

称取 5.3 g 金属铝(质量分数最小为 99.9%)置于 1 个 300 mL 烧杯中,盖上表面皿。然后加入 250 mL 的盐酸(1+1)在水浴上加热直至溶解。移开表面皿将溶液蒸发到 30 mL 以除掉多余的盐酸。冷却后,移入 1 000 mL 容量瓶中加水稀释至刻度。

5.1.4 氨水溶液

质量分数最小为 25%。

5.1.5 氨水溶液, 1+1

取 1 体积的氨水(5.1.4)与 1 体积的水混匀。

5.1.6 氨水溶液, 1+9

取 1 体积的氨水(5.1.4)与 9 体积的水混匀。

5.1.7 乙酸铵缓冲溶液

取 120 mL 乙酸溶于 500 mL 水中, 然后再加入 74 mL 氨水(5.1.4), 加水稀释至 1 000 mL。

5.1.8 乙酸铵溶液(100 g/L)

称取 100 g 乙酸铵溶于水中, 加水稀释至 1 000 mL。

5.1.9 乙酸铵溶液(200 g/L)

称取 200 g 乙酸铵溶于水中, 加水稀释至 1 000 mL。

5.1.10 氯化铵

5.1.11 氯化铵溶液(20 g/L)

称取 10 g 氯化铵溶于 500 mL 的水中, 加入一滴甲基红溶液和氨水溶液(1+9)(5.1.6)直至溶液颜色变黄。如果由于加热时颜色再次变红, 可再滴加氨水溶液(1+9)使之变黄。

5.1.12 硝酸铈铵溶液(10 g/L)

称取 5 g 硝酸铈铵溶于 200 mL 的水中, 慢慢的加入大约 7 mL 硫酸, 稀释到 500 mL 混匀。

5.1.13 钼酸铵溶液(100 g/L)

称取 10 g 四水合钼酸铵溶于 100 mL 的水中, 必要时过滤。存放于塑料瓶中。保存期限为 4 周。

5.1.14 钼酸铵溶液(80 g/L)

称取 40 g 四水合钼酸铵溶于 500 mL 的水中, 必要时过滤。存放于塑料瓶中。保存期限为 4 周。4 周前如果出现钼酸沉淀即可废弃。

5.1.15 钼酸铵溶液(20 g/L)

称取 2 g 四水合钼酸铵溶于 20 mL 的水中, 必要时过滤。加入 60 mL 硫酸(1+1)和水, 加水稀释到 100 mL。

5.1.16 抗坏血酸溶液(100 g/L)

称取 10 g 抗坏血酸溶于水中, 稀释到 100 mL, 溶液需避光和低温处保存。保存期限为 2 周。

5.1.17 硼酸

5.1.18 硼酸溶液(40 g/L)

称取 40 g 硼酸溶于水中, 加水稀释至 1 000 mL。

5.1.19 缓冲溶液(pH=10)

称取 70 g 氯化铵溶于 570 mL 的氨水溶液中(5.1.4),加水稀释至 1 000 mL。

5.1.20 三氯甲烷

质量分数最小为 99%。

5.1.21 三氧化二铬溶液(10 mg/mL)

称取 6.8 g 金属铬(质量分数最小为 99.9%)置于 300 mL 的烧杯中,盖上表面皿。加入 250 mL 盐酸(1+1)在水浴上加热至溶解,移去表面皿将溶液蒸发到 30 mL 以除掉多余的盐酸。冷却后转移到 1 000 mL 容量瓶中加水稀释到刻度。

5.1.22 铜铁试剂(60 g/L)

称取 6 g 铜铁试剂溶于 100 mL 的水中。必要时过滤。溶液现用时现配。固体试剂保存于带塞子的密闭瓶中,加入少量的碳酸铵可防止其分解。

5.1.23 CyDTA 溶液(8 g/L)

取 4.6 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L)加入到 2 g 的 CyDTA 水合物中,加热溶解。冷却后加水稀释至 250 mL。

5.1.24 二安替比林甲烷(DAM)溶液(10 g/L)

称取 1 g 一水合二安替比林甲烷溶于 30 mL 的盐酸(1+50)中,然后加水稀释至 100 mL。

5.1.25 乙醚**5.1.26 二苯基碳酰二肼溶液(10 g/L)**

称取 0.1 g 二苯基碳酰二肼溶于 10 mL 的丙酮中,溶液现用时现配。

5.1.27 洗脱液 A(0.8 mol/L 氢氟酸,0.65 mol/L 硼酸)

称取 40 g 硼酸溶解于 960 mL 的水中,将溶液倒入一个 1 000 mL 的塑料容器中,加入 35 mL 的氢氟酸(质量分数最小为 40%),混匀。

5.1.28 洗脱液 B

取 995 mL 的水和 5 mL 的氢氟酸(质量分数最小为 40%)在塑料容器中混匀。

5.1.29 过滤纸浆**5.1.30 乙醇**

质量分数最小为 95%。

5.1.31 混合熔剂

例如碳酸钾与无水碳酸钠等摩尔混合。

5.1.32 六次甲基四胺

5.1.33 盐酸联氨溶液(150 g/L)

称取 15 g 盐酸联氨溶于水中稀释至 100 mL。

5.1.34 浓盐酸

质量分数最小为 35%。

5.1.35 盐酸,1+1

取 1 体积的浓盐酸(5.1.34)与 1 体积的水混匀。

5.1.36 盐酸,1+2

取 1 体积的浓盐酸(5.1.34)与 2 体积的水混匀。

5.1.37 盐酸,1+3

取 1 体积的浓盐酸(5.1.34)与 3 体积的水混匀。

5.1.38 盐酸,1+4

取 1 体积的浓盐酸(5.1.34)与 4 体积的水混匀。

5.1.39 盐酸,1+9

取 1 体积的浓盐酸(5.1.34)与 9 体积的水混匀。

5.1.40 盐酸,1+20

取 1 体积的浓盐酸(5.1.34)与 20 体积的水混匀。

5.1.41 盐酸,1+50

取 1 体积的浓盐酸(5.1.34)与 50 体积的水混匀。

5.1.42 盐酸,1+150

取 1 体积的浓盐酸(5.1.34)与 150 体积的水混匀。

5.1.43 氢氟酸

质量分数最小为 40%。

5.1.44 氢氟酸,1+9

取 1 体积的氢氟酸(5.1.43)与 9 体积的水混匀,保存在塑料容器中。

5.1.45 过氧化氢溶液

质量分数最小为 30%。

5.1.46 过氧化氢溶液

质量分数最小为 6%。

5.1.47 盐酸羟胺溶液(100 g/L)

称取 10 g 盐酸羟胺溶于温水中,必要时过滤,冷却后稀释至 100 mL。

5.1.48 氧化铁溶液(10 mg/mL)

称取 7.0 g 金属铁(质量分数最小为 99.9%)置于 300 mL 的烧杯中,盖上表面皿。然后加入 250 mL 盐酸(1+1),在水浴上加热直至溶解,移去表面皿将溶液蒸发到 30 mL 用以除掉多余的盐酸。冷却后转移到 1 000 mL 容量瓶中加水稀释至刻度。

5.1.49 三氯化铁溶液

称取 1 g 六水合三氯化铁溶于 100 mL 的盐酸(1+50)(5.1.41)中。

5.1.50 镧溶液(50 g/L)

称取 50 g 氧化镧置于 1 000 mL 的烧杯中,小心加入 200 mL 盐酸(1+1),加热使其溶解,加水稀释至 1 000 mL。如果加酸后反应太剧烈,将烧杯移到流水中冷却。

5.1.51 氧化镁溶液(10 mg/mL)

称取 6 g 金属镁(镁质量分数最小为 99.9%,硅质量分数小于 0.001%)置于 500 mL 的烧杯中,盖上表面皿。然后加入 100 mL 盐酸(1+1),在水浴上加热直至溶解,冷却后转移到 1 000 mL 容量瓶中加水稀释至刻度。

5.1.52 扁桃酸**5.1.53 混合酸**

例如取硫酸(1+1)与磷酸按 1:1 的比例混合。

5.1.54 浓硝酸

质量分数最小为 65%。

5.1.55 硝酸,1+1

取 1 体积的浓硝酸(5.1.54)与 1 体积的水混匀。

5.1.56 硝酸,1+3

取 1 体积的浓硝酸(5.1.54)与 3 体积的水混匀。

5.1.57 硝酸,1+20

取 1 体积的浓硝酸(5.1.54)与 20 体积的水混匀。

5.1.58 三乙醇胺,1+1

取 1 体积三乙醇胺与 1 体积的水混匀。

5.1.59 浓高氯酸

质量分数最小为 70%。

5.1.60 邻二氮杂菲溶液(1 g/L)

称取 0.1 g 邻二氮杂菲溶于乙醇中,加水稀释至 100 mL,避光保存在阴凉处。存放时如果溶液发生变色就废弃。

5.1.61 邻二氮杂菲溶液(10 g/L)

称取 1 g 邻二氮杂菲溶于乙醇中,加水稀释至 100 mL,避光保存在阴凉处。存放时如果溶液发生变色就废弃。

5.1.62 磷酸

质量分数最小为 98%。

5.1.63 磷酸

质量分数最小为 85%。

5.1.64 磷酸,2+3

取 2 体积的磷酸(5.1.63)与 3 体积的水混和后冷却。

5.1.65 磷酸,1+9

取 1 体积的磷酸(5.1.63)与 9 体积的水混和后冷却。

5.1.66 聚丙烯酰胺水溶液(20 g/L)

称取 2 g 聚丙烯酰胺溶于 100 mL 的水中,此溶液现用时现配。

5.1.67 聚氧化乙烯溶液(2.5 g/L)

称取 0.5 g 聚氧化乙烯加入到 200 mL 的水中,缓慢搅动直至溶解,最好使用机械搅拌器,保存期限为 2 周。

5.1.68 聚氧化乙烯溶液(0.5 g/L)

称取 0.1 g 聚氧化乙烯加入到 200 mL 的水中,缓慢搅动直至溶解,最好使用机械搅拌器,保存期限为 2 周。

5.1.69 氢氧化钾溶液(250 g/L)

称取 250 g 氢氧化钾溶于水,冷却后稀释到 1 000 mL,保存于聚乙烯瓶中。

5.1.70 氯化钾

5.1.71 焦硫酸钾,高纯试剂。

5.1.72 高碘酸钾

5.1.73 高锰酸钾(3 g/L)

称取 0.6 g 高锰酸钾溶于 200 mL 的水中,避光保存。

5.1.74 硝酸银溶液(10 g/L)

称取 1 g 硝酸银溶于水中,用水稀释至 100 mL,混匀,保存在棕色瓶子里。

5.1.75 叠氮化钠(20 g/L)

称取 2 g 叠氮化钠溶于水中,用水稀释至 100 mL,混匀。

5.1.76 无水碳酸钠

当用电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)测定氧化钙时,应当使用高纯试剂。

5.1.77 铜试剂(100 g/L)

称取 5 g 铜试剂(二乙基二硫代氨基甲酸钠)溶于 50 mL 的水中,必要时过滤,溶液现用时现配。

5.1.78 二苯胺磺酸钠溶液(2 g/L)

称取 0.2 g 二苯胺磺酸钠溶于水中,加硫酸 2~3 滴,用水稀释至 100 mL,混匀。溶液现用时现配。

5.1.79 氢氧化钠溶液(100 g/L)

小心地将 20 g 氢氧化钠溶于 150 mL 的水中,为了避免反应太剧烈,同时搅拌并冷却。冷却后加水稀释至 200 mL。

5.1.80 硫化钠溶液(100 g/L)

称取 1 g 九水合硫化钠溶于 10 mL 的水中,溶液现用时现配。

5.1.81 浓硫酸

质量分数最小为 95%。

5.1.82 硫酸溶液,1+1

一边搅拌一边小心的将 200 mL 浓硫酸(5.1.81)加入到 200 mL 的水中,冷却溶液。

5.1.83 硫酸溶液,1+3

一边搅拌一边小心的将 200 mL 浓硫酸(5.1.81)加入到 600 mL 的水中,冷却溶液。

5.1.84 硫酸溶液,1+4

一边搅拌一边小心的将 50 mL 浓硫酸(5.1.81)加入到 200 mL 的水中,冷却溶液。

5.1.85 硫酸溶液,1+5

一边搅拌一边小心的将 50 mL 浓硫酸(5.1.81)加入到 250 mL 的水中,冷却溶液。

5.1.86 硫酸溶液,1+9

一边搅拌一边小心的将 20 mL 浓硫酸(5.1.81)加入到 180 mL 的水中,冷却溶液。

5.1.87 硫酸溶液,1+15

一边搅拌一边小心的将 20 mL 浓硫酸(5.1.81)加入到 300 mL 的水中,冷却溶液。

5.1.88 硫酸溶液,1+150

一边搅拌一边小心的将 5 mL 浓硫酸(5.1.81)加入到 750 mL 的水中,冷却溶液。

5.1.89 L(+)酒石酸溶液,(100 g/L)

称取 100 g L(+)酒石酸溶于水,稀释至 1 000 mL。

5.2 指示剂

5.2.1 二苯胺磺酸钡

5.2.2 溴酚蓝(1 g/L)

称取 0.4 g 氢氧化钠溶于 100 mL 的水中,溶液的浓度为 4 g/L。将 0.1 g 的溴酚蓝磨细,加入 1.5 mL 的氢氧化钠溶液(4 g/L),加水稀释至 100 mL 后摇匀。

5.2.3 钙黄绿素指示剂

称取 0.2 g 钙黄绿素、0.12 g 百里酚酞和 20.0 g 氯化钾混合后磨细。

5.2.4 2,4-二硝基酚饱和溶液

称取 1 g 2,4-二硝基酚溶于 100 mL 的热水中,冷却后过滤。

5.2.5 双硫脲指示剂(0.25 g/L)

称取 0.012 5 g 双硫脲溶于 50 mL 的乙醇中(质量分数最小为 95%),溶液可保存至少一周。

5.2.6 铬黑 T 溶液(2 g/L)

称取 0.20 g 铬黑 T 溶于 100 mL 的乙醇中,加入 0.5 g 盐酸羟胺。溶液应避光保存于带塞的玻璃瓶中。

5.2.7 甲基橙溶液(0.5 g/L)

称取 0.05 g 甲基橙溶于 100 mL 的热水中,冷却后过滤。

5.2.8 甲基百里酚蓝指示剂

称取 0.2 g 甲基百里酚蓝和 20 g 硝酸钾混合后磨细。

5.2.9 甲基橙溶液(0.4 g/L)

称取 0.10 g 甲基橙溶于 50 mL 的乙醇中(质量分数最小为 95%),加水稀释至 250 mL。将溶液保存于黑色的玻璃瓶中。

5.2.10 甲基红溶液(0.1 g/L)

称取 25 mg 粉末状的甲基红溶于 0.95 mL 的氢氧化钠(2 g/L)和 5 mL 的乙醇中(质量分数最小为 95%),加水稀释至 250 mL。将溶液保存于黑色的玻璃瓶中。

5.2.11 对硝基苯酚溶液(2 g/L)

称取 0.20 g 对硝基苯酚溶于 100 mL 的水中。

5.2.12 铬蓝黑 B 指示剂

称取 0.5 g 铬蓝黑 B 和 20 g 氯化钠混合后磨细。

5.2.13 二甲酚橙溶液(1 g/L)

称取 0.10 g 二甲酚橙溶于水中,稀释至 100 mL。将溶液放入冰箱中保存。保存期限为 4 周。

5.2.14 钙指示剂(1:50)

称取 1 g 钙指示剂(或钙指示剂羧酸钠盐)与 50 g 已于 105 °C~110 °C 烘干的氯化钠研细,混匀,保存于磨口瓶中。

6 取样

6.1 总则

按照 GB/T 10325 的要求对定形烧成耐火制品取样,按照 GB/T 17617 的要求对原料和不定形耐火材料取样,或按照相关方同意的方式取样。

6.2 耐火砖及其原料

粉碎按照 6.1 规定取得的实验室样品使其通过符合 GB/T 6003.1 要求的 6.7 mm 标准筛。通过四分法将样品减少 100 g。磨细样品使其通过符合 GB/T 6003.1 要求的 300 μm 标准筛。

6.3 不定形耐火材料

6.3.1 不定形耐火干料

执行 6.1 和 6.2 规定的程序。

6.3.2 不定形耐火湿料

将按照 6.1 规定取得的实验室样品平铺到一耐热板上,耐热板不会与样品发生反应(例如聚四氟乙烯板),样品厚度 10 mm。将样品在(110 \pm 5)°C 空气中烘干至少 10 h,然后按照 6.2 规定磨细样品。

6.4 试样的制备

将按照 6.1 规定取得的样品通过四分法减少到 10 g,磨细样品使其粒度符合相关产品的试验方法标准。所得的就是分析用试样。将试样在干燥箱中(110 \pm 5)°C 条件下烘干至少 2 h。

7 试样质量

称量试样的质量,精确到 0.1 mg。

8 基本步骤

8.1 测试数量

每个化学分析做两个平行样。

8.2 空白试验

做每个化学分析试验时,需做一个空白试验。给出试验结果时,空白试验的结果应从每个试验的测定结果中扣除。

9 灼烧减量的测定

9.1 原理

在(1 025±25)℃下加热试样至恒重,测量试样质量的减少或增加。

9.2 步骤

加热铂金坩埚或瓷坩埚到(1 025±25)℃,保温 15 min。然后将坩埚放在干燥器中冷却,用电子天平称量其质量,精确到 0.1 mg。

称量 1.0 g 干燥后的试样,放入坩埚中,称量坩埚和试样的总质量,精确到 0.1 mg。

将坩埚放入马弗炉中,将炉子升温至(1 025±25)℃,保温 30 min 后取出,然后盖上坩埚盖冷却。称量坩埚和烧后试样的总质量,精确到 0.1 mg。以 15 min 间隔重复测定烧后质量直至达到恒量。

9.3 结果计算

灼烧减量 LOI,以质量分数表示,按式(1)计算:

$$LOI = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——空坩埚的质量,单位为克(g);

m_2 ——坩埚加烧前试样的质量,单位为克(g);

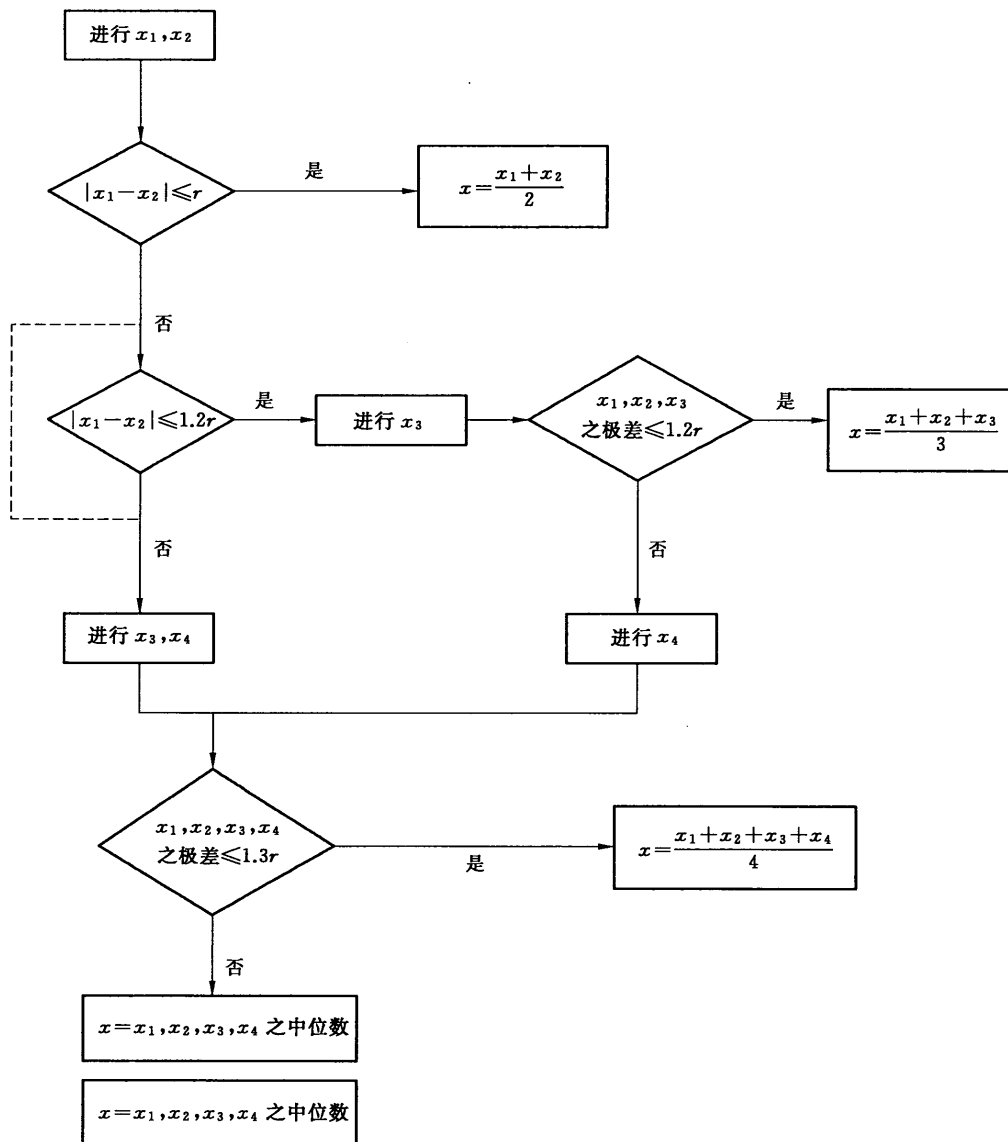
m_3 ——坩埚加烧后试样的质量,单位为克(g)。

10 试验结果表示

所得结果应按 GB/T 8170 修约,保留 2 位小数;当含量<0.10%时结果保留 2 位有效数字;如果委托方供货合同或有关标准另有要求时,可按要求的位数修约。

11 试验结果的检查和采用

当试样的 2 个有效分析值之差不大于相关标准所规定的允许差时,以其算术平均值作为最终分析结果;否则,应按验收分析值程序(见图 3)的规定进行追加分析和数据处理。



说明:

x_1, x_2, x_3, x_4 —— 分析值;

r —— 允许差。

图 3 验收分析值程序

12 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- 试样名称及编号;
- 参照的国家标准(GB/T 32179—2015);
- 所用的试验方法(湿法, ICP 或 AAS), 以及试验方法所参照的国家标准;
- 试验结果, 包括按照每种方法及第 10 章的规定计算出的单值及平均值;
- 试验过程的任何偏差;
- 试验过程中的异常现象;
- 试验日期。

附 录 A
(资料性附录)

本标准章条编号与 ISO 26845:2008 章条编号对照

表 A.1 给出了本标准章条编号与 ISO 26845:2008 章条编号对照一览表。

表 A.1 本标准章条编号与 ISO 26845:2008 章条编号对照

本标准章条编号	对应的 ISO 26845:2008 章条编号
1	1
2	2
3	3
4	4
4.7.1~4.7.2	4.7.1~4.7.3
5	5
6	6
7	7
8	8
9	9
10	10
11	11
12	12
图 3	—
附录 A	—
附录 B	—

附 录 B
(资料性附录)

本标准与 ISO 26845:2008 技术性差异及其原因

表 B.1 给出了本标准与 ISO 26845:2008 的技术性差异及其原因的一览表。

表 B.1 本标准与 ISO 26845:2008 技术性差异及其原因

本标准的章条号	技术性差异	原 因
4	取消 4.7.3 塑料容量瓶的校准	不适用
5	增加 5.2.14 钙指示剂及其配制过程	方便使用
6	6.4 中磨细样品由使其通过 106 μm 标准筛改为粒度符合相关产品的试验方法标准	方便使用
10	试验结果表示改为所得结果应按 GB/T 8170 修约,保留 2 位小数;当含量 $<0.10\%$ 时结果保留 2 位有效数字	方便使用
11	分析结果的检查和采用改为当试样的 2 个有效分析值之差不大于相关标准所规定的允许差时,以其算术平均值作为最终分析结果;否则,应按验收分析值程序(见图 3)的规定进行追加分析和数据处理	方便使用

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
耐火材料化学分析 湿法、原子吸收
光谱法(AAS)和电感耦合等离子体原子
发射光谱法(ICP-AES)的一般要求
GB/T 32179—2015

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

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 1.5 字数 36 千字
2015年11月第一版 2015年11月第一次印刷

*

书号: 155066·1-52212 定价 24.00 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)68510107



GB/T 32179-2015