



中华人民共和国国家标准

GB/T 3045—2024

代替 GB/T 3045—2017

普通磨料 碳化硅化学分析方法

Conventional abrasive—Chemical analysis of silicon carbide

(ISO 9286:2021, Abrasive grains and crude—Chemical analysis of
silicon carbide, MOD)

2024-09-29 发布

2025-04-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 样品制备 1

 4.1 磨料 1

 4.2 结晶块 1

5 杂质分析 2

 5.1 表面碳(游离碳)的测定 2

 5.2 二氧化硅的测定 6

 5.3 表面硅(游离硅)的测定 9

 5.4 酸处理失量(LAT)的测定 13

 5.5 三氧化二铁(铁)的测定 14

 5.6 三氧化二铝(铝)的测定 16

 5.7 氧化钙(钙)和氧化镁(镁)的测定(原子吸收光谱法) 17

 5.8 铁、铝、钙、镁的电感耦合等离子体发射光谱法测定 19

6 总碳的测定 21

 6.1 吸收重量法 21

 6.2 红外吸收法 22

 6.3 允许误差 23

7 碳化硅的测定 23

 7.1 直接法测定 23

 7.2 间接法测定 25

 7.3 允许误差 25

8 试验报告 25

附录 A (资料性) 本文件与 ISO 9286:2021 结构编号对照情况 27

附录 B (资料性) 本文件与 ISO 9286:2021 的技术性差异及其原因 29

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 3045—2017《普通磨料 碳化硅化学分析方法》，与 GB/T 3045—2017 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了样品制备方法(见第4章,2017年版的3.1和4.2)；
- b) 更改了燃烧吸收重量法测定表面碳(游离碳)的试验步骤和数据处理(见5.1.2.4和5.1.2.5,2017年版的3.4.1.4和3.4.1.5)；
- c) 更改了分光光度法测定二氧化硅的试验步骤(见5.2.2.4,2017年版的3.2.1.4)；
- d) 更改了分光光度法测定表面硅(游离硅)的试验步骤(见5.3.3.4,2017年版的3.3.1.4)；
- e) 增加了酸处理失量(LAT)测定的允许误差(见5.4.6)；
- f) 删除了 EDTA 容量法测定氧化钙和氧化镁的方法(见2017年版的3.9.1)；
- g) 更改了电感耦合等离子体发射光谱法测定铁、铝、钙、镁的数据处理(见5.8.5,2017年版的3.10.5)；
- h) 增加了间接法测定碳化硅含量的适用范围(见7.2.2)；
- i) 删除了射线荧光法(RFA)测定铁、铝、钙、镁的方法(见2017年版的第5章)。

本文件修改采用 ISO 9286:2021《磨料和结晶块 碳化硅的化学分析》。

本文件与 ISO 9286:2021 相比,在结构上有较多调整。两个文件之间的结构编号变化对照一览表见附录 A。

本文件与 ISO 9286:2021 相比,存在较多技术差异,在所涉及的条款的外侧页边空白位置用垂直单线(|)进行了标示。这些技术差异及其原因一览表见附录 B。

本文件做了下列编辑性改动：

——为与现有标准协调,将标准名称改为《普通磨料 碳化硅化学分析方法》。

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专利的责任。

本文件由中国机械工业联合会提出。

本文件由全国磨料磨具标准化技术委员会(SAC/TC 139)归口。

本文件起草单位：郑州磨料磨具磨削研究所有限公司、国家磨料磨具质量检验检测中心、平顶山易成新材料有限公司、淄博金纪元研磨材料有限公司、山东圣诺实业有限公司、韶关威鸣研磨材料有限公司、深圳市永霖科技有限公司。

本文件主要起草人：达朝鸿、赵俊、余佳音、张良、田喜英、丁建平、高惠、尚海泉、魏炜、孙帅浩、吕晓峰、苏燕。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1989年首次发布为 GB/T 3045—1989,2003年第一次修订,2017年第二次修订；

——本次为第三次修订。

普通磨料 碳化硅化学分析方法

1 范围

本文件描述了碳化硅中主要化学成分的分析方法。

本文件适用于碳化硅含量不小于 95% (质量分数) 的磨料及结晶块中表面碳(游离碳)、二氧化硅、表面硅(游离硅)、酸处理失量、铁、铝、钙、镁、总碳和碳化硅等化学成分的分析活动。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 4676 普通磨料 取样方法(GB/T 4676—2018,ISO 9138:2015,MOD)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 样品制备

4.1 磨料

按照 GB/T 4676 进行取样并缩分至 50 g~60 g,在烘箱中 105 °C~110 °C 烘干 1 h,取出,放入干燥器中,冷却备用。

用于总碳和表面碳(游离碳)测定的样品,粒度为 F120 及以粗或 P150 及以粗的磨料应在烘干前破碎、研磨至全部通过网孔基本尺寸为 150 μm 的筛网并混匀。如果使用钢研钵,在研磨过程中引入铁的量仅在 0.1% (质量分数) 以下,可忽略;如果大于 0.1% (质量分数),应同时对样品做铁含量的测定(按 5.8 的规定),并计入相应结果。测定铁含量时,宜在硬金属、碳化硼或刚玉研钵中进行。如果研磨过程中引入铁,则分析样品的质量应按公式(1)进行校正。

$$m_0 = m_1 [1 - w(\text{Fe})] \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_0 ——样品校正质量,单位为克(g);

m_1 ——包含铁的样品的质量,单位为克(g);

$w(\text{Fe})$ ——样品由于研磨而引入的铁的质量分数。

4.2 结晶块

结晶块状的样品应通过以下步骤制备:

- a) 在烘箱中 105 °C~110 °C 预干燥约 20 kg 的数份样品。
- b) 在实验室颚式破碎机中将样品破碎至粒径小于 2.36 mm。通过 2.36 mm 筛网筛分样品,破碎

过大残余物,然后再次筛分。继续这种操作,直至所有样品全部通过筛网。由于颚式破碎机对量少的样品无效,应在钢研钵中破碎剩余的粗粒。混合均匀,用四分法缩分至 1 kg。

- c) 在实验室辊式破碎机中将 1 kg 样品(<2.36 mm)破碎至粒径小于 1 mm 筛网。通过 1 mm 筛网筛分样品,破碎过大残余物,然后再次筛分。继续这种操作,直至所有样品全部通过筛网。由于辊式破碎机对量少的样品无效,因此在钢研钵中破碎剩余的粗粒。混合均匀,用四分法缩分至 100 g。
- d) 在合适的设备(例如钢研钵)中将 100 g 样品(<1 mm)研磨至粒径小于 0.5 mm。通过 0.5 mm 筛网筛分样品,破碎过大残余物,然后再次筛分。继续这种操作,直至所有样品全部通过筛网。混合均匀,用四分法缩分至 25 g。
- e) 以与上述相同的方式将 25 g 样品(<0.5 mm)研磨至粒径小于 0.15 mm,混合均匀。
- f) 将破碎、研磨后的样品装入试样袋,在烘箱中 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 110\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘干 1 h,取出,放入干燥器中,冷却备用。

如果使用钢研钵,在研磨过程中引入铁的量仅在 0.1%(质量分数)以下,可忽略;如果大于 0.1%(质量分数),应同时对样品做铁含量的测定(按 5.8 的规定),并计入相应结果。测定铁含量时,宜在硬金属、碳化硼或刚玉研钵中进行。如果研磨过程中引入铁,则分析样品的质量应按公式(1)进行校正。

5 杂质分析

5.1 表面碳(游离碳)的测定

5.1.1 总则

根据样品制备方式的不同,所得值用于确定表面碳(游离碳)的含量,对于粒度小于 F120 和 P150 的磨料,表面碳含量等于游离碳含量。

5.1.2 燃烧吸收重量法

5.1.2.1 原理

碳化硅表面碳(游离碳)燃烧生成二氧化碳用苏打石灰吸收管吸收,由其增重即可求得表面碳(游离碳)的量,测定和计算方法补偿了碳化硅氧化的可能。

5.1.2.2 试剂或材料

除非另有说明,所用试剂不应低于分析纯,用于标定的试剂应为基准试剂,标准溶液应定期标定。所用水不应低于 GB/T 6682 中规定的三级水的要求,仪器分析所用水应为二级水或同等纯度的去离子水。下同。

5.1.2.2.1 硫酸:密度为 1.84 g/cm^3 。

5.1.2.2.2 苏打石灰:颗粒状。

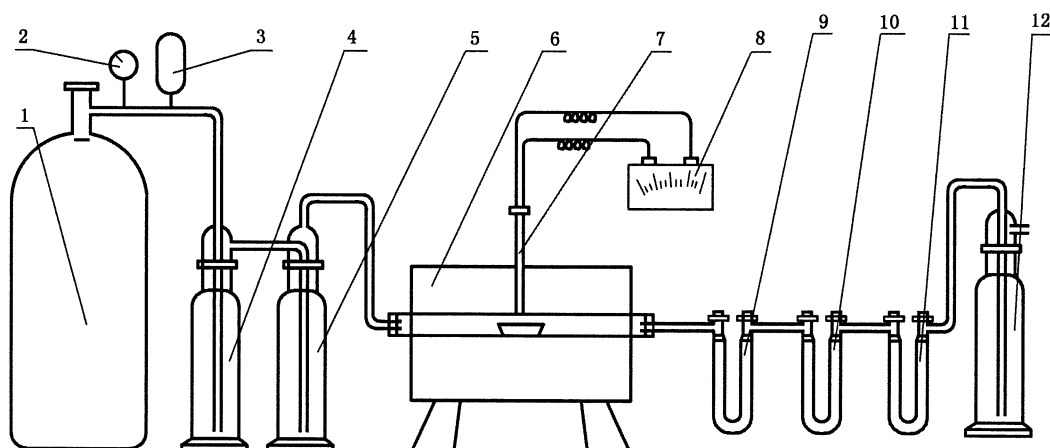
5.1.2.2.3 无水氯化钙:颗粒状。

5.1.2.2.4 氢氧化钾溶液(400 g/L)。

5.1.2.2.5 玻璃棉:清洁干燥。

5.1.2.3 仪器设备

碳测定装置,见图 1。



标引序号说明：

- 1 —— 氧气瓶；
- 2 —— 气压表；
- 3 —— 流量计；
- 4 —— 洗气瓶[以氢氧化钾溶液(5.1.2.2.4)装入瓶中约三分之一]；
- 5、12 —— 浓硫酸洗气瓶[以浓硫酸(5.1.2.2.1)装入瓶内约三分之一]；
- 6 —— 管式炉；
- 7 —— 热电偶；
- 8 —— 温控表；
- 9 —— 氯化钙管(内装无水氯化钙、管口塞以玻璃棉)；
- 10、11 —— 苏打石灰(或烧碱石棉)和氯化钙吸收管(管内分别装入苏打石灰三分之二和无水氯化钙三分之一)。

图 1 碳测定装置示意图

5.1.2.4 试验步骤

将管式炉的温度升至 900 ℃ ~ 915 ℃，按图 1 连接好装置，确保其密封性。通氧(速率为 300 mL/min) 15 min 后，称量二氧化碳吸收管(10、11)的质量。称取 1 g ~ 2 g 试样，精确到 0.000 1 g，置于经高温灼烧至恒重的瓷舟或石英舟中，放入管式炉的高温处，迅速连好接头，通氧(100 mL/min) 30 min，关闭吸收管活塞及氧气开关，取下二氧化碳吸收管(10、11)称量，精确到 0.000 1 g，称取的增量相当于吸收的二氧化碳量。

5.1.2.5 试验数据处理

表面碳(游离碳)的质量分数用 $w(C_F)$ 表示，按公式(2)计算。

$$w(C_F) = \frac{0.272\,9(m_4 - m_3) - 0.375\,4m_6}{m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

0.272 9——二氧化碳换算为碳的系数 $\left[\frac{M(C)}{M(CO_2)} = 0.272\,9 \right]$ ；

m_4 —— 燃烧后吸收管质量，单位为克(g)；

m_3 —— 燃烧前吸收管质量，单位为克(g)；

0.375 4——氧气换算为碳的系数 $\left[\frac{M(C)}{M(O_2)} = 0.375\,4 \right]$ ；

m_6 —— $m_6 = m_5 - m_2 + 0.272\,9(m_4 - m_3)$ ，单位为克(g)；

m_5 ——试样燃烧后质量,单位为克(g);

m_2 ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

5.1.3 红外吸收法

5.1.3.1 原理

F1200(P2500 或 J2500)及以粗的磨料或结晶块试样在 850 °C 左右加热,F1200(P2500 或 J2500)以细的磨料试样在 650 °C 左右加热,5 min 内碳化硅几乎不分解,而碳化硅表面游离的碳燃烧生成二氧化碳,二氧化碳气体进入吸收池,对相应的红外辐射进行吸收,由探测器转化为信号,经计算机软件处理输出结果。

5.1.3.2 试剂或材料

5.1.3.2.1 氧气:高纯(质量分数大于 99.5%)。

5.1.3.2.2 高氯酸镁:试剂级,粒度为 0.7 mm~1.2 mm,用于吸收水汽。

5.1.3.2.3 石英棉:0.5 mm~0.8 mm,优级。

5.1.3.2.4 碱石棉:0.9 mm~2.0 mm,优级。

5.1.3.2.5 标准物质:用于校准和验证的标准样品。

5.1.3.3 仪器设备

5.1.3.3.1 碳测定仪:可控制温度和加热时间,利用红外吸收的原理检测表面碳(游离碳)含量。

5.1.3.3.2 石英舟:按照所用仪器厂商的规定,能够耐高温燃烧,不产生含碳的化学物质,使空白值控制在特定范围内。

5.1.3.3.3 进样钳。

5.1.3.3.4 镊子。

5.1.3.4 试验步骤

5.1.3.4.1 测定空白值

开机预热待仪器稳定后,仪器默认试样质量为 1 g,将石英舟推进炉体内,进行空白分析。重复测定三次以上,取其平均值。如果仪器不能自动校准空白值,应从总结果中减去空白值。

5.1.3.4.2 校准

称取适量的标准物质于石英舟中,按未知样品分析标准物质。重复测定三次及以上,进行校准。按照新的校准曲线测试标准物质,若测试结果与标准值接近,并在其允许的误差范围内,则可测试样品。否则需要重新校准。

5.1.3.4.3 样品测定

5.1.3.4.3.1 F1200(P2500 或 J2500)及以粗的磨料或结晶块试样的测定

称取约 1 g 试样,精确到 0.000 1 g,置于石英舟中,将石英舟送入仪器,按程序升温至 850 °C ±10 °C,在此温度下保温 5 min,测定试样中碳含量。重复测定三次以上,取其平均值。

5.1.3.4.3.2 F1200(P2500 或 J2500)以细的磨料试样的测定

称取约 1 g 试样,精确到 0.000 1 g,置于石英舟中,将石英舟送入仪器,按程序升温至 650 °C ±10 °C,在此

温度下保温 5 min,测定试样中碳含量。重复测定三次以上,取其平均值。

5.1.3.5 试验数据处理

表面碳(游离碳)的质量分数用 $w(C_F)$ 表示,按公式(3)计算。

$$w(C_F) = \frac{(D_1 - E_1) \times K_1}{m_7} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

D_1 ——试样红外吸收峰面积的数值;

E_1 ——空白试验时红外吸收峰面积的数值;

K_1 ——校准曲线系数值;

m_7 ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

注:大多数商业仪器具备直接计算百分含量的功能,包括对空白和样品质量的校正。

5.1.4 灼烧减量法

5.1.4.1 原理

试样在高温下灼烧,其表面的游离碳被氧化成二氧化碳逸去,失去的质量即为表面碳(游离碳)的含量。本方法适用于粒度号为 F1200(P2500 或 J2500)及以粗的磨料或结晶块且游离硅含量小于 1.5% (质量分数)的试样中表面碳(游离碳)含量的测定。

5.1.4.2 试验步骤

5.1.4.2.1 F400(P800 或 J700)及以粗或结晶块试样的测定

称取约 1 g 样品,精确至 0.000 1 g,置于已灼烧至恒重的铂金皿或瓷皿中,于 750 °C ± 10 °C 的高温炉中灼烧 40 min,取出并放入干燥器内冷却至室温,称量。反复灼烧至恒重。

5.1.4.2.2 F500~F1200(P1000~P2500 或 J800~J2500)试样的测定

称取约 1 g 样品,精确至 0.000 1 g,置于已灼烧至恒重的铂金皿或瓷皿中,于 650 °C ± 10 °C 的高温炉中灼烧 5 min,取出并放入干燥器内冷却至室温,称量。反复灼烧至恒重。

5.1.4.3 试验数据处理

表面碳(游离碳)的质量分数用 $w(C_F)$ 表示,按公式(4)计算。

$$w(C_F) = \frac{(m_{10} - m_9)}{m_8} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_{10} ——灼烧前试样加皿的质量,单位为克(g);

m_9 ——灼烧后试样加皿的质量,单位为克(g);

m_8 ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

5.1.5 允许误差

允许误差应符合表 1 的规定。

表 1 表面碳(游离碳)测定的允许误差

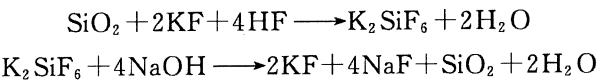
含量范围/%	允许误差/%	
	同一实验室	不同实验室
≤0.25	±0.03	±0.04
>0.25~0.50	±0.04	±0.05
>0.50~1.50	±0.07	±0.08

5.2 二氧化硅的测定

5.2.1 氟硅酸钾容量法

5.2.1.1 原理

二氧化硅在氢氟酸-氟化钾和盐酸溶液中加热溶解,生成氟硅酸钾(K₂SiF₆)沉淀,沸水水解,以 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定,根据消耗氢氧化钠标准溶液的体积计算出二氧化硅的含量。化学反应式如下所示。



该方法可以在单质硅的存在下使用,因为单质硅在该方法的条件下不会发生反应。如果硅酸盐和/或硅化物存在,它们反应会导致二氧化硅测定结果偏高。

5.2.1.2 试剂或材料

5.2.1.2.1 盐酸:(1+1)。

5.2.1.2.2 氟化钾-氢氟酸溶液:称取 125 g 氟化钾溶于 800 mL 氢氟酸(质量分数不小于 40%)中。

5.2.1.2.3 氯化钾溶液(100 g/L)。

5.2.1.2.4 氢氧化钠标准溶液:[c(NaOH)=0.1 mol/L]

称取氢氧化钠 4 g 溶于新煮沸冷却后的水中,加入少许氯化钡,稀释至 1 L,放置,干过滤于塑料瓶中备用。

标定:称取经于 105℃~110℃烘箱中烘干 1 h 的邻苯二甲酸氢钾(基准试剂或高纯试剂)约 0.6 g,精确至 1 mg,共 3 份,分别放入三个 250 mL 锥形瓶中,加入新煮沸冷却后的水 100 mL,摇动使其溶解,加入酚酞指示剂 2 滴~3 滴,用配制好的氢氧化钠溶液滴定至溶液呈微红色,并保持 30 s。同时做空白试验。

氢氧化钠标准溶液的浓度 c(NaOH),数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(5)计算。

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m_{11} \times 1\,000}{(V_2 - V_1) \times M_1} \dots\dots\dots(5)$$

式中:

- m₁₁——邻苯二甲酸氢钾的质量的准确数值,单位为克(g);
- V₂——氢氧化钠溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V₁——空白试验时氢氧化钠溶液的体积,单位为毫升(mL);
- M₁——邻苯二甲酸氢钾摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[M(KHC₈H₄O₄)=204.22]。

5.2.1.2.5 酚酞指示剂:10 g/L 乙醇溶液。

5.2.1.2.6 石蕊试纸。

5.2.1.3 仪器设备

- 5.2.1.3.1 塑料烧杯, 100 mL。
- 5.2.1.3.2 恒温水浴锅, 精度为 $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.2.1.3.3 塑料漏斗。
- 5.2.1.3.4 中速定量滤纸, 直径 45 mm。
- 5.2.1.3.5 滤纸纸屑。
- 5.2.1.3.6 锥形瓶, 300 mL。
- 5.2.1.3.7 pH 计, 带温度补偿。
- 5.2.1.3.8 碱式滴定管, 10 mL。

5.2.1.4 试验步骤

称取约 1 g 试样, 精确到 0.000 1 g, 置于 100 mL 塑料烧杯中, 加入 15 mL 氟化钾-氢氟酸溶液 (5.2.1.2.2)、5 mL 盐酸溶液 (1+1), 在 $(50\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 水浴上加热 2.5 h。冷却后, 用塑料漏斗以中速定量滤纸过滤, 用氯化钾溶液 (5.2.1.2.3) 冲洗滤纸及沉淀, 直至洗液遇蓝色石蕊试纸 (5.2.1.2.6) 不变色。把沉淀连同滤纸一起转入 300 mL 锥形瓶中, 加入刚煮沸的热水约 100 mL, 加 10 滴酚酞指示剂 (5.2.1.2.5), 用 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液 (5.2.1.2.4) 滴定至溶液刚变红色。同时做空白试验。

若测试溶液为有色溶液, 滴定终点不明显的情况下, 可以使用带有温度补偿的 pH 计判定滴定终点, 终点为 pH8.2。

5.2.1.5 试验数据处理

二氧化硅的质量分数用 $w(\text{SiO}_2)$ 表示, 按公式 (6) 计算:

$$w(\text{SiO}_2) = \frac{C \times (V_4 - V_3) \times M_2}{m_{12} \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

C —— 氢氧化钠标准溶液的浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);

V_4 —— 消耗的氢氧化钠标准溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

V_3 —— 空白试验时消耗的氢氧化钠标准溶液的体积, 单位为毫升 (mL)。

M_2 —— 二氧化硅摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol) $\left[M\left(\frac{1}{4}\text{SiO}_2\right) = 15.02\right]$;

m_{12} —— 试样质量, 单位为克 (g)。

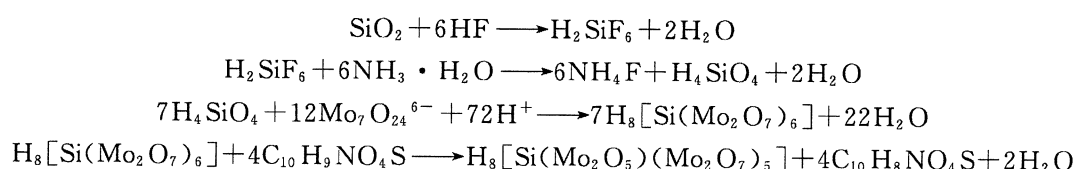
计算结果表示到小数点后两位。

5.2.2 分光光度法

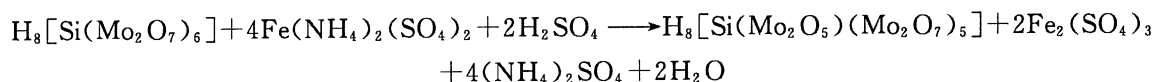
5.2.2.1 原理

试样用氯化钠-盐酸-氢氟酸处理, 使二氧化硅溶解, 加钼酸铵使硅酸离子形成硅钼杂多酸, 用还原剂将其还原成硅钼蓝, 于 700 nm 波长处测定其吸光度。

化学反应式如下所示:



或:



5.2.2.2 试剂

5.2.2.2.1 盐酸:(1+1)、(1+4)。

5.2.2.2.2 氨水(1+4):取浓氨水(密度 0.90 g/cm³)与水按体积比 1:4 稀释,现配现用。

5.2.2.2.3 氢氟酸:(1+1)。

5.2.2.2.4 氯化钠溶液(100 g/L)。

5.2.2.2.5 氯化铝溶液(450 g/L):称取 90 g 六水合氯化铝溶于水,用水稀释至 200 mL。

5.2.2.2.6 钼酸铵溶液(50 g/L):称取 5 g 钼酸铵溶于水,用水稀释至 100 mL,放置 24 h 后过滤使用;若出现沉淀,应停止使用。

5.2.2.2.7 酒石酸溶液(100 g/L)。

5.2.2.2.8 1,2,4-酸溶液(0.15 g/L):称取 0.15 g 1,2,4-酸(1-氨基-2-萘酚-4-磺酸),0.7 g 无水亚硫酸钠,9 g 无水亚硫酸氢钠于水中,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液的使用期为两周。

5.2.2.2.9 硫酸亚铁铵溶液(60 g/L):称取 6 g 硫酸亚铁铵溶于 100 mL 水中,滴加硫酸(1+1)5 滴,混匀。

5.2.2.2.10 草硫混酸溶液(1+1):量取 50 g/L 草酸溶液 1 份与硫酸(1+3)1 份混合均匀。

5.2.2.2.11 对硝基苯酚指示剂(2 g/L 乙醇溶液):称取 0.2 g 对硝基苯酚溶于 95%乙醇中,用乙醇稀释至 100 mL。

5.2.2.2.12 二氧化硅标准溶液:0.05 mg/mL。

称取经 1 000 °C 灼烧过的二氧化硅(高纯试剂)0.100 0 g 于铂坩埚中,与无水碳酸钠(基准试剂)2 g 仔细混匀,再覆盖无水碳酸钠(基准试剂)0.5 g,送入高温炉中于 850 °C~900 °C 熔融 20 min,取出,冷却,洗净坩埚外壁,在聚乙烯烧杯中用热水浸出,冷却后转入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,立即移入清洁干燥的塑料瓶中贮存。1 mL 此溶液中含二氧化硅 0.1 mg。

用移液管移取上述 0.1 mg/mL 二氧化硅溶液 50 mL 于预先盛有 10 mL 盐酸(1+4)的 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,即为二氧化硅标准溶液。1 mL 此溶液中含二氧化硅 0.05 mg。

5.2.2.2.13 空白溶液:于聚四氟乙烯烧杯中加入氯化钠溶液(5.2.2.2.4)1 mL、盐酸(1+1)3 mL、氢氟酸(1+1)3 mL、氯化铝溶液(5.2.2.2.5)12 mL,混匀,移入 100 mL 塑料容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.2.2.3 仪器设备

可见分光光度计。

5.2.2.4 试验步骤

5.2.2.4.1 测定

称取约 0.2 g 试样,精确到 0.000 1 g。将样品放入聚四氟乙烯烧杯中,加入氯化钠溶液(5.2.2.2.4)1 mL、盐酸(1+1)3 mL、氢氟酸(1+1)3 mL,在 80 °C~90 °C 水浴上加热 15 min~20 min,冷却,加入氯化铝溶液(5.2.2.2.5)12 mL,混匀,移入 100 mL 塑料容量瓶中,稀释至刻度,摇匀,静置后(微粉试样可进行干过滤)用移液管移取上部澄清液 10 mL 于 100 mL 塑料容量瓶中,加水至溶液体积为 50 mL,加入对硝基苯酚指示剂(5.2.2.2.11)2 滴~3 滴,用氨水(5.2.2.2.2)中和至溶液呈黄色,立即加入盐酸(1+4)5 mL,然后加入钼酸铵溶液(5.2.2.2.6)5 mL,放置 15 min。加入酒石酸溶液(5.2.2.2.7)

10 mL, 1,2,4-酸溶液(5.2.2.2.8)5 mL,加水稀释至刻度,摇匀,放置 30 min。用 1 cm 的比色皿于波长 700 nm 处,用空白溶液作参比液测定其吸光度,于工作曲线上查出二氧化硅的质量。

采用硫酸亚铁铵(5.2.2.2.9)和草硫混酸(5.2.2.2.10)试剂时,前期操作同 5.2.2.4.1,但加入钼酸铵溶液(5.2.2.2.9)5 mL 后,需要调节试液温度至 20 ℃~25 ℃,放置 15 min。边摇边加入草硫混酸溶液(5.2.2.2.10)20 mL,迅速加入硫酸亚铁铵溶液(5.2.2.2.9)5 mL,用水稀释至刻度,摇匀。用 1 cm 的比色皿于波长 700 nm 处,用空白溶液作参比液测定其吸光度,于工作曲线上查出二氧化硅的质量。

5.2.2.4.2 工作曲线的绘制

吸取空白溶液(5.2.2.2.13)10 mL 分别放入 8 个 100 mL 容量瓶中,再用微量滴定管依次分别加入二氧化硅标准溶液(5.2.2.2.12)0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL,以下按 5.2.2.4.1 方法操作,测定其吸光度,减去空白溶液吸光度后,与相应的二氧化硅质量相对应,绘制成工作曲线。

5.2.2.5 试验数据处理

二氧化硅的质量分数用 $w(\text{SiO}_2)$ 表示,按公式(7)计算。

$$w(\text{SiO}_2) = \frac{m_{13}V_5}{m_{14}V_6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m_{13} ——试样质量,单位为克(g);

m_{14} ——分取试样溶液中扣除空白后自工作曲线上查得的二氧化硅质量,单位为克(g);

V_5 ——试验溶液总体积,单位为毫升(mL);

V_6 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位。

5.2.3 允许误差

允许误差应符合表 2 的规定。

表 2 二氧化硅测定的允许误差

含量范围/%	允许误差/%	
	同一实验室	不同实验室
≤0.25	±0.02	±0.03
>0.25~0.50	±0.03	±0.04
>0.50~1.50	±0.06	±0.08
>1.50~3.50	±0.10	±0.12

5.3 表面硅(游离硅)的测定

5.3.1 总则

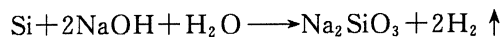
由于存在硅铁类型的材料,其结果可能比实际结果高,这是因为硅铁类型的材料在测试条件下的反应与表面硅(游离硅)相似。

5.3.2 气体容量法

5.3.2.1 原理

测定硅与热的氢氧化钠溶液反应时释放氢气的体积以定量表面硅或游离硅的含量。化学反应式如

下所示。



5.3.2.2 试剂

5.3.2.2.1 氢氧化钠溶液(250 g/L)。

5.3.2.2.2 封闭液:在蒸馏水或去离子水中加几滴浓硫酸酸化使甲基橙微显色。

5.3.2.3 仪器设备

硅测定装置,由以下设备组成。

——砂浴电热板或电炉,功率可调。

——锥形瓶,100 mL。

——球形冷凝管,长约 40 cm。

——量气管,100 mL。

——储气瓶,180 mL~200 mL。

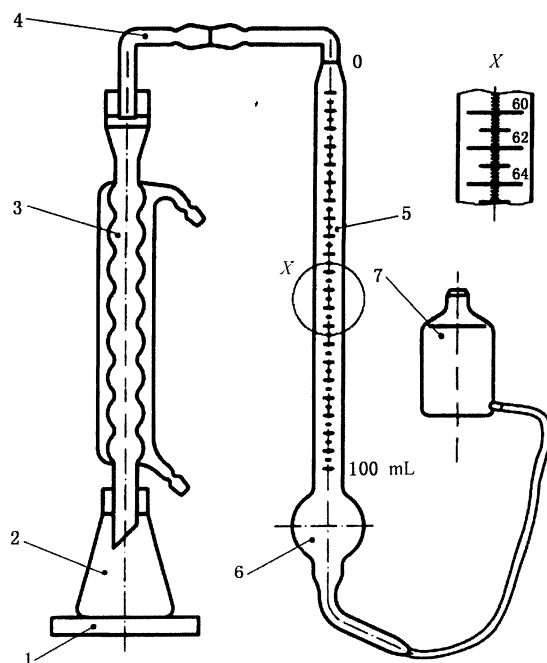
——水准瓶,200 mL~250 mL。

——气压表。

——温度计。

上述设备应按如下所述组装,如图 2 所示。

把 100 mL 锥形瓶直立在电热砂浴或电炉上,用橡胶塞使之与球形冷凝管相连,并确保气密性。用“T”型管把温度计置于冷凝水中,用管子穿过橡胶塞使球形冷凝器与量气管的顶端相连。用橡胶管将量气瓶的底端与盛有封闭液的调整瓶连接起来。



标引序号说明:

- 1——电热板;
- 2——锥形瓶;
- 3——球形冷凝管;
- 4——成角度的毛细管;
- 5——量气管;
- 6——附加储存器;
- 7——调整瓶。

图 2 硅测定装置

5.3.2.4 试验步骤

5.3.2.4.1 测量装置的准备和检查

检查测量装置的气密性,并用标样(如工业硅或金属硅)对测量装置校准后方可进行试样测定。

5.3.2.4.2 零点及初始参数的确定

称取约 5 g 试样,精确到 0.000 1 g,放置于锥形瓶中。如果产生的氢气体积超过量气管的容积,也就说明表面硅含量高,则适当减少称样量。

调整好量气管的起始刻度,让冷水在球形冷凝管中循环至少 10 min,直到冷凝水温度恒定,波动在 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以内。如果冷凝水不能提供满足要求的恒定温度 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$,则应在冷凝管环路中加上恒温装置。记下在最靠近量气管处的环境温度,精确到 0.1 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.3.2.4.3 氢气的产生

往锥形瓶中加入 40 mL 氢氧化钠溶液(5.3.2.2.1),迅速把锥形瓶连接在球形冷凝管上,快速用调整瓶调节密封液使量气管液面在零位。不用改变调整瓶的位置,接通毛细管与球形冷凝管,并记下量气管内密封液的最初刻度,精确到 0.1 mL,仔细调节量气管液面和调整瓶的位置后,加热锥形瓶使内部物质沸腾 90 min,在加热和沸腾的过程中,保持量气管的热量不能散失,沸腾阶段完成后移开电热板。

5.3.2.4.4 氢气体积的确定

用充满冷水的容器冷却仍和冷凝器相连的锥形瓶,根据需要经常换水使锥形瓶及瓶内物的温度降至开始分析时的环境温度。

核查锥形瓶和冷凝器的温度是否相同,然后调节调整瓶刻度和量气管刻度,记录下量气管液面。再记下环境温度和大气压,在整个分析过程中开始和结束时间环境温度差不能大于 3 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.3.2.5 试验数据处理

硅的质量分数用 $w(\text{Si}_F)$ 表示,按公式(8)计算。

$$w(\text{Si}_F) = \frac{K_2 \times V_7 \times f}{m_{15}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

K_2 ——由氢气的体积换算成硅的质量的换算系数,单位为克每毫升(g/mL), $\left[K_2 = \frac{M(\text{Si})}{2 \times 22.4 \times 10^3} = 0.000\ 627 \right]$;

V_7 ——量气管中收集的氢气的体积,单位为毫升(mL);

f ——把氢气体积换算到标准状态(温度为 0 $^{\circ}\text{C}$,压力为 1.013 MPa)时的因数;

m_{15} ——试样质量,单位为克(g)。

f 值可从气体校正表上查到,需考虑到指示温度和密封液体上面的压力。

计算结果表示到小数点后两位。

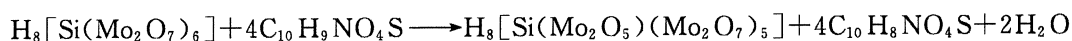
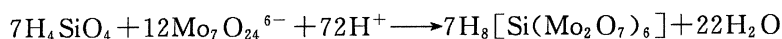
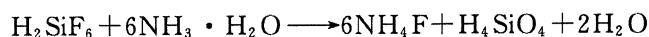
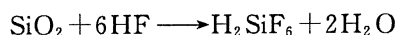
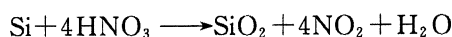
5.3.3 分光光度法

5.3.3.1 原理

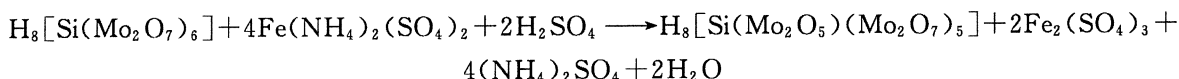
试样用硝酸钠-硝酸-氢氟酸处理,使二氧化硅及表面硅溶解,用硅钼蓝分光光度法测得其含量减去

二氧化硅的含量换算而得。

化学反应式如下所示。



或：



5.3.3.2 试剂

5.3.3.2.1 盐酸：(1+4)。

5.3.3.2.2 硝酸：(1+1)。

5.3.3.2.3 氢氟酸：(1+1)。

5.3.3.2.4 氨水(1+4)：取浓氨水(密度 0.90 g/cm³)与水按体积比 1 : 4 稀释，现配现用。

5.3.3.2.5 硝酸钠溶液(100 g/L)。

5.3.3.2.6 空白溶液：于聚四氟乙烯烧杯中加入硝酸钠溶液(5.3.3.2.5) 1 mL、硝酸(1+1) 3 mL、氢氟酸(1+1) 3 mL、氯化铝溶液(5.2.2.2.5) 12 mL，混匀，移入 100 mL 塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.3.3.3 仪器设备

可见分光光度计。

5.3.3.4 试验步骤

5.3.3.4.1 测定

称取约 0.2 g 试样，精确到 0.000 1 g。将样品放入聚四氟乙烯烧杯中，加入硝酸钠溶液(5.3.3.2.5) 1 mL、硝酸(1+1) 3 mL、氢氟酸(1+1) 3 mL，在 80 °C ~ 90 °C 水浴上加热 15 min ~ 20 min，冷却，加入氯化铝溶液(5.2.2.2.5) 12 mL，混匀，移入 100 mL 塑料容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，静置后(微粉试样可进行干过滤)用移液管移取上部澄清液 10 mL 于 100 mL 塑料容量瓶中，加水至溶液体积为 50 mL，加入对硝基苯酚指示剂(5.2.2.2.11) 2 滴 ~ 3 滴，用氨水(5.3.3.2.4)中和至溶液呈黄色，立即加入盐酸(1+4) 5 mL，然后加入钼酸铵溶液(5.2.2.2.6) 5 mL，放置 15 min。加入酒石酸溶液(5.2.2.2.7) 10 mL，1,2,4-酸溶液(5.2.2.2.8) 5 mL，加水稀释至刻度，摇匀，放置 30 min。用 1 cm 的比色皿于波长 700 nm 处，用空白溶液作参比液测定其吸光度，于工作曲线上查出二氧化硅的质量。

采用硫酸亚铁铵(5.2.2.2.9)和草硫混酸(5.2.2.2.10)试剂时，前期操作同 5.3.3.4.1，但加入钼酸铵溶液(5.2.2.2.6) 5 mL 后，需要调节试液温度至 20 °C ~ 25 °C，放置 15 min。边摇边加入草硫混酸溶液(5.2.2.2.10) 20 mL，迅速加入硫酸亚铁铵溶液(5.2.2.2.9) 5 mL，用水稀释至刻度，摇匀。用 1 cm 的比色皿于波长 700 nm 处，用空白溶液作参比液测定其吸光度，于工作曲线上查出二氧化硅的质量。

5.3.3.4.2 工作曲线的绘制

吸取空白溶液(5.3.3.2.6) 10 mL 分别放入 8 个 100 mL 容量瓶中，再用微量滴定管依次分别加入二氧化硅标准溶液(5.2.2.2.12) 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL，以下按 5.3.3.4.1 方法操作，测定其吸光度，减去空白溶液吸光度后，与相应的二氧化硅质量

相对应,绘制成工作曲线。

5.3.3.5 试验数据处理

硅的质量分数用 $w(\text{Si}_\text{F})$ 表示,按公式(9)计算。

$$w(\text{Si}_\text{F}) = \left[\frac{m_{17} V_8}{m_{16} V_9} \times 100\% - w(\text{SiO}_2) \right] \times K_3 \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

m_{17} ——分取试样溶液中扣除空白后自工作曲线上查得的二氧化硅质量,单位为克(g);

V_8 ——试验溶液总体积,单位为毫升(mL);

m_{16} ——试样质量,单位为克(g);

V_9 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

K_3 ——二氧化硅换算为硅的系数 $\left[K_3 = \frac{M(\text{Si})}{M(\text{SiO}_2)} = 0.4674 \right]$ 。

计算结果表示到小数点后两位。

5.3.4 允许误差

允许误差应符合表3的规定。

表3 表面硅(游离硅)测定的允许误差

含量范围/%	允许误差/%	
	同一实验室	不同实验室
≤ 0.25	± 0.02	± 0.03
$> 0.25 \sim 0.50$	± 0.03	± 0.04
$> 0.50 \sim 1.50$	± 0.06	± 0.08

5.4 酸处理失量(LAT)的测定

5.4.1 原理

酸处理失量(LAT)可以理解为待分析样品被硫酸、氢氟酸和硝酸三酸混合物处理之后的损失物。本方法适用于 F400(P800 或 J700)及以粗的磨料或结晶块试样的测定。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 硫酸:密度 1.84 g/cm^3 。

5.4.2.2 硝酸:密度 1.42 g/cm^3 。

5.4.2.3 氢氟酸:密度为 $1.15 \text{ g/cm}^3 \sim 1.18 \text{ g/cm}^3$,质量分数不小于 40%。

5.4.2.4 盐酸:密度为 $1.18 \text{ g/cm}^3 \sim 1.19 \text{ g/cm}^3$,质量分数不小于 37%。

5.4.2.5 盐酸:(1+9)。

5.4.3 仪器设备

5.4.3.1 聚四氟乙烯烧杯或铂坩埚。

5.4.3.2 砂浴。

5.4.3.3 砂芯坩埚,孔径 $7 \mu\text{m}$ 。

5.4.3.4 容量瓶, 250 mL。

5.4.4 试验步骤

称取约 5 g 试样, 精确到 0.000 1 g, 放入聚四氟乙烯或铂坩埚中, 加入 20 滴硫酸(5.4.2.1), 30 mL 氢氟酸(5.4.2.3), 10 mL 浓硝酸(5.4.2.2), 放置砂浴或电炉上蒸干。加入 10 mL 盐酸(5.4.2.4), 在约 60 °C 下加热 30 min, 用恒重的砂芯坩埚过滤, 用稀盐酸(1+9)洗涤 3 次, 热水(90 °C~100 °C)洗涤 2 次, 于 110 °C 烘箱中烘干。冷却, 称量, 计算蒸发残余物质量。滤液转入 250 mL 容量瓶中, 冷却, 定容, 混匀。此滤液留作测定三氧化二铁(铁)、三氧化二铝(铝)、氧化钙(钙)、氧化镁(镁)。

5.4.5 试验数据处理

酸处理失量(LAT)的质量分数 w_{LAT} 表示, 按公式(10)计算。

$$w_{\text{LAT}} = \frac{m_{18} - m_{19}}{m_{18}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

m_{18} ——试样质量, 单位为克(g);

m_{19} ——蒸发残余物质量, 单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

5.4.6 允许误差

允许误差应符合表 4 的规定。

表 4 酸处理失量测定的允许误差

含量范围/%	允许误差/%	
	同一实验室	不同实验室
≤0.25	±0.02	±0.03
>0.25~0.50	±0.03	±0.04
>0.50~1.50	±0.06	±0.08
>1.50~2.50	±0.08	±0.10
>2.50~5.00	±0.15	±0.20

5.5 三氧化二铁(铁)的测定

5.5.1 分光光度法

5.5.1.1 原理

在 pH8~pH11.5 的氨性溶液中, 三价铁离子与磺基水杨酸反应生成黄色的磺基水杨酸铁络盐, 于波长 420 nm 处测其吸光度, 从而测定三氧化二铁(铁)的含量。

5.5.1.2 试剂

5.5.1.2.1 氨水:(1+1)。

5.5.1.2.2 磺基水杨酸溶液(150 g/L)。

5.5.1.2.3 三氧化二铁标准溶液: 0.1 mg/mL。

准确称取 0.100 0 g 已烘干的三氧化二铁(光谱纯试剂),置于 250 mL 烧杯中,加入盐酸(1+1) 30 mL,加热溶解,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,即为三氧化二铁标准溶液。1 mL 此溶液含 0.1 mg 的三氧化二铁。

5.5.1.2.4 空白溶液:以盐酸(5+95)代替。

5.5.1.3 仪器设备

可见分光光度计。

5.5.1.4 试验步骤

5.5.1.4.1 测定

用移液管移取 5.4.4 或 7.1.3 中制备的滤液 25 mL 于 50 mL 容量瓶中,加入磺基水杨酸溶液(5.5.1.2.2) 10 mL,滴加氨水(5.5.1.2.1)至呈现稳定黄色,再过量 3 mL,冷却,用水稀释至刻度,摇匀,以水作参比溶液,用 1 cm 比色皿,于 420 nm 波长处测定其吸光度。用同样方法作空白试验,减去空白试验的吸光度后,于工作曲线上查得三氧化二铁的质量。

5.5.1.4.2 工作曲线的绘制

用移液管移取空白溶液(5.5.1.2.4) 10 mL 分别放入 7 个 50 mL 的容量瓶中,再用微量滴定管依次分别加入三氧化二铁标准溶液(5.5.1.2.3) 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL,以下按 5.5.1.4.1 方法操作,测定其吸光度,减去空白溶液的吸光度后,与相应的三氧化二铁质量相对应,绘制成工作曲线。

5.5.1.5 试验数据处理

三氧化二铁的质量分数用 $w(\text{Fe}_2\text{O}_3)$ 表示,按公式(11)计算。

$$w(\text{Fe}_2\text{O}_3) = \frac{m_{21} V_{10}}{m_{20} V_{11}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (11)$$

也可以写成铁的质量分数 $w(\text{Fe})$,按公式(12)计算。

$$w(\text{Fe}) = \frac{K_4 m_{21} V_{10}}{m_{20} V_{11}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中:

m_{21} ——分取试样溶液中自工作曲线上查得的三氧化二铁质量,单位为克(g);

V_{10} ——5.4.4 或 7.1.3 制备的滤液总体积,单位为毫升(mL);

m_{20} ——试样质量,单位为克(g);

V_{11} ——从 5.4.4 或 7.1.3 制备的滤液中分取试液体积,单位为毫升(mL);

K_4 ——三氧化二铁换算为铁的系数, $\left[K_4 = \frac{M(\text{Fe})}{M(\text{Fe}_2\text{O}_3)} = 0.699\ 4 \right]$ 。

计算结果表示到小数点后两位。

5.5.2 原子吸收光谱法

取 5.4.4 或 7.1.3 中制备的滤液,用原子吸收光谱法(AAS)测定三氧化二铁(铁)的含量。

5.5.3 允许误差

允许误差应符合表 5 的规定。

表 5 三氧化二铁(铁)测定的允许误差

含量范围/%	允许误差/%	
	同一实验室	不同实验室
≤ 0.25	± 0.02	± 0.03
$> 0.25 \sim 0.50$	± 0.03	± 0.04
$> 0.50 \sim 1.00$	± 0.04	± 0.06
$> 1.00 \sim 2.50$	± 0.07	± 0.10

5.6 三氧化二铝(铝)的测定

5.6.1 分光光度法

5.6.1.1 原理

铝与铬天青 S 在 pH4~pH6 的溶液中生成紫红色络合物,借此进行铝的比色测定。

5.6.1.2 试剂

5.6.1.2.1 盐酸:(1+20)、(1+60)、(5+95)。

5.6.1.2.2 氨水:(1+9)。

5.6.1.2.3 对硝基苯酚溶液(2 g/L 乙醇溶液):称取 0.2 g 对硝基苯酚溶解于少量 95%乙醇溶液中,用 95%乙醇稀释至 100 mL。

5.6.1.2.4 抗坏血酸溶液(10 g/L):称取 1 g 抗坏血酸溶于少量水中,用水稀释至 100 mL,现配现用。

5.6.1.2.5 铬天青 S 溶液(0.5 g/L):称取 0.5 g 铬天青 S 溶于少量水中,加乙醇 500 mL,用水稀释至 1 000 mL。

5.6.1.2.6 六次甲基四胺溶液(200 g/L)。

5.6.1.2.7 铝标准溶液:0.005 mg/mL。

准确称取 0.500 0 g 高纯铝,置于塑料烧杯中,加入氢氧化钠(10%)10 mL,水浴加热溶解。加水 100 mL,滴加盐酸(1+1)酸化并过量 10 mL,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。1 mL 此溶液含 0.5 mg 的铝。

用移液管移取上述铝溶液 10 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,加盐酸(1+1)5 mL,用水稀释至刻度,摇匀,即为铝标准溶液。1 mL 此溶液含 0.005 mg 的铝。

5.6.1.3 仪器设备

可见分光光度计。

5.6.1.4 试验步骤

5.6.1.4.1 测定

用移液管移取 5.4.4 或 7.1.3 中制备的滤液 2 mL 于 50 mL 容量瓶中,加水 10 mL,滴加对硝基苯酚溶液(5.6.1.2.3)1 滴,滴加氨水(1+9)至黄色,加盐酸(1+20)至黄色消失,补加盐酸(1+60)5 mL,加抗坏血酸(5.6.1.2.4)2 mL,铬天青 S(5.6.1.2.5)5 mL,六次甲基四胺溶液(5.6.1.2.6)5 mL。用水稀释至刻度,摇匀,放置 15 min,用 1 cm 比色皿,于 550 nm 波长处测定其吸光度。同时做空白试验。减去空白试验吸光度后,于工作曲线上查得铝的质量。

5.6.1.4.2 工作曲线的绘制

用移液管移取盐酸溶液(5+95)2 mL 分别放入 7 个 50 mL 容量瓶中,再于容量瓶中用微量滴定管依次分别加入 0.005 mg/mL 铝标准溶液(5.6.1.2.7)0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL。以下按 5.6.1.4.1 方法操作,测定其吸光度,减去空白溶液吸光度,与相应的铝质量相对应,绘制成工作曲线。

5.6.1.5 试验数据处理

三氧化二铝的质量分数用 $w(\text{Al}_2\text{O}_3)$ 表示,按公式(13)计算。

$$w(\text{Al}_2\text{O}_3) = \frac{K_5 m_{23} V_{10}}{m_{22} V_{12}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (13)$$

也可以写成铝的质量分数 $w(\text{Al})$,按公式(14)计算。

$$w(\text{Al}) = \frac{m_{23} V_{10}}{m_{22} V_{12}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (14)$$

式中:

- K_5 ——铝换算为三氧化二铝的系数, $\left[K_5 = \frac{M(\text{Al}_2\text{O}_3)}{M(\text{Al})} = 1.889\ 5 \right]$;
 - m_{23} ——分取试样溶液中自工作曲线上查得的铝质量,单位为克(g);
 - V_{10} ——5.4.4 或 7.1.3 制备的滤液总体积,单位为毫升(mL);
 - m_{22} ——试样质量,单位为克(g);
 - V_{12} ——从 5.4.4 或 7.1.3 制备的滤液中分取试液体积,单位为毫升(mL)。
- 计算结果表示到小数点后两位。

5.6.2 原子吸收光谱法

取 5.4.4 或 7.1.3 中制备的滤液,用原子吸收光谱法(AAS)测定三氧化二铝(铝)的含量。

5.6.3 允许误差

允许误差应符合表 6 的规定。

表 6 三氧化二铝(铝)测定的允许误差

含量范围/%	允许误差/%	
	同一实验室	不同实验室
≤0.25	±0.02	±0.03
>0.25~0.50	±0.03	±0.04
>0.50~1.00	±0.04	±0.06

5.7 氧化钙(钙)和氧化镁(镁)的测定(原子吸收光谱法)

5.7.1 原理

试样经氢氟酸-硝酸-硫酸处理分解制成溶液,溶液中待测元素的基态原子对由光源发出的被测元素特征辐射光有共振吸收,通过测定钙、镁元素辐射光的减弱程度而求出氧化钙和氧化镁的含量。

5.7.2 试剂

5.7.2.1 氯化镱溶液(100 g/L):称取六水合氯化镱 118 g,置于 500 mL 烧杯中,加入 300 mL 水,温热溶解,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,贮于塑料瓶中。

5.7.2.2 钙标准溶液:0.01 mg/mL。

称取 0.249 7 g 已在 110 ℃ 烘 1 h 并在干燥器中冷却到室温的碳酸钙,置于 300 mL 烧杯中,加入 5 mL 盐酸(1+1)溶解,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀;1 mL 此溶液含 0.1 mg 的钙。

移取 10.00 mL 钙标准溶液,于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸,用水稀释至刻度,混匀;1 mL 此溶液含 0.01 mg 的钙。

5.7.2.3 镁标准溶液:0.01 mg/mL。

称取 0.100 0 g 纯镁,镁的质量分数不小于 99.99%,置于 150 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(1+1),低温加热至溶解完全,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,补加 80 mL 盐酸(1+1),用水稀释至刻度,摇匀;1 mL 此溶液含 0.1 mg 的镁。

用移液管移取 10 mL 镁标准溶液,于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸,用水稀释至刻度,混匀;1 mL 此溶液含 0.01 mg 的镁。

5.7.2.4 工作曲线系列溶液

溶液的浓度推荐配制成与 1 g 试样分解定容于 250 mL 等组成相近的浓度,酸介质和酸浓度也与试液相同,为了消除干扰,加入 5 mL 氯化镱溶液(5.7.2.1)。具体见表 7。

表 7 钙、镁测定的工作曲线系列质量浓度

元素	工作曲线系列质量浓度/(μg/mL)					
Ca	0.00	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
Mg	0.00	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00

5.7.3 仪器设备

原子吸收光谱仪。

5.7.4 试验步骤

试样分解按 5.4.4 或 7.1.3 进行,同时做空白试验。移取 5.4.4 或 7.1.3 中制备的滤液 50 mL 置于 100 mL 容量瓶中,加入 10%的氯化镱溶液(5.7.2.1)5 mL,用水稀释至刻度,摇匀。

仪器预热稳定后,用表 8 推荐的波长,先测定混合工作曲线系列溶液的光强度,绘制工作曲线,再测定空白和试液的光强度。

表 8 钙、镁测定的仪器测定条件

元素	波长/nm	火焰
Ca	422.67	空气-乙炔
Mg	285.21	空气-乙炔

5.7.5 试验数据处理

各元素氧化物的质量分数用 w_i 表示,按公式(15)计算。

$$w_i = \frac{K_6 c_1 V_{13} V_{14}}{m_{24} V_{15}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (15)$$

式中:

- K_6 ——单质元素转化为其氧化物的系数,见表 9。
- c_1 ——所测溶液中减去空白试验后的元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V_{13} ——所测溶液体积,单位为毫升(mL);
- V_{14} ——试液的总体积,单位为毫升(mL);
- m_{24} ——试样质量,单位为克(g);
- V_{15} ——分取试液体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位,也可按钙、镁含量计算,此时 K 系数不参与计算。

表 9 钙、镁单质元素转化为其氧化物的系数

元素	Ca-CaO	Mg-MgO
转化系数	1.399 2	1.658 3

5.7.6 允许误差

允许误差应符合表 10 的规定。

表 10 钙、镁测定的允许误差

含量范围/%	允许误差/%	
	同一实验室	不同实验室
≤ 0.25	± 0.02	± 0.03
$> 0.25 \sim 0.50$	± 0.03	± 0.04
$> 0.50 \sim 1.00$	± 0.04	± 0.06

5.8 铁、铝、钙、镁的电感耦合等离子体发射光谱法测定

5.8.1 原理

试样经氢氟酸-硝酸-硫酸处理分解制成溶液,在电感耦合等离子体炬焰中激发,发射出所含特征元素的特征谱线,根据铁、铝、钙和镁各元素特征谱线的强度测定铁、铝、钙、镁含量。

5.8.2 试剂

5.8.2.1 铁标准溶液:0.01 mg/mL。

称取 0.100 0 g $\pm$ 0.000 1 g 高纯铁粉,纯铁的质量分数不小于 99.99%,置于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL 盐酸(1+1),低温加热至溶解完全,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,贮存于塑料瓶中。1 mL 此溶液含 0.1 mg 的铁。

5.8.2.2 铝标准溶液:0.01 mg/mL。

称取 0.100 0 g $\pm$ 0.000 1 g 高纯铝,纯铝的质量分数不小于 99.99%,置于 250 mL 烧杯中,加入

40 mL 盐酸(1+1),低温加热溶解,待剧烈反应后,加入 2 mL 硝酸,低温加热至溶解完全,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;1 mL 此溶液含 0.1 mg 的铝。

5.8.2.3 钙标准溶液:0.01 mg/mL。

称取 0.249 7±0.000 1 g 已在 110 °C 烘 1 h 并在干燥器中冷却到室温的碳酸钙,置于 300 mL 烧杯中,加入 5 mL 盐酸(1+1)溶解,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀;1 mL 此溶液含 0.1 mg 的钙。

用移液管移取 10.00 mL 钙标准溶液,于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸,用水稀释至刻度,混匀;1 mL 此溶液含 0.01 mg 的钙。

5.8.2.4 镁标准溶液:0.01 mg/mL。

称取 0.100 0±0.000 1 g 纯镁,镁的质量分数不小于 99.99%,置于 150 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(1+1),低温加热至溶解完全,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,补加 80 mL 盐酸(1+1),用水稀释至刻度,摇匀;1 mL 此溶液含 0.1 mg 的镁。

用移液管移取 10.00 mL 镁标准溶液,于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸,用水稀释至刻度,混匀;1 mL 此溶液含 0.01 mg 的镁。

5.8.2.5 混合工作曲线系列溶液。

溶液的浓度推荐配制成与 1 g 试样分解定容于 250 mL 等组成相近的浓度,酸介质和酸浓度也与试液相同。具体见表 11。

表 11 铁、铝、钙、镁测定的混合工作曲线系列浓度

元素	混合工作曲线系列浓度/(μg/mL)					
Fe	0.00	2.00	4.00	6.00	8.00	10.00
Al	0.00	0.60	1.20	1.80	2.40	3.00
Ca	0.00	0.60	1.20	1.80	2.40	3.00
Mg	0.00	0.60	1.20	1.80	2.40	3.00

5.8.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

5.8.4 试验步骤

试样分解按 5.4.4 或 7.1.3 进行,同时做空白试验。

仪器预热稳定后,用表 12 推荐的波长,先测定混合工作曲线系列溶液的光强度,绘制工作曲线,再测定空白和试液的光强度。

表 12 铁、铝、钙、镁测定的推荐仪器设定波长

元素	Fe	Al	Ca	Mg
波长 1/nm	238.204	396.152	317.933	285.213
波长 2/nm	239.562	309.271	315.887	279.533

5.8.5 试验数据处理

各元素的质量分数用 w_i 表示,按公式(16)计算。

$$w_i = \frac{c_2 V_{16}}{m_{25} V_{18} / V_{17} 10^6} \times 100\%$$

.....(16)

式中：

c_2 ——所测溶液中减去空白试验后元素的质量浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

V_{16} ——所测溶液的体积，单位为毫升(mL)；

m_{25} ——称取试样质量，单位为克(g)；

V_{18} ——分取试液体积，单位为毫升(mL)；

V_{17} ——试液的总体积，单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位。

也可根据需要将元素换算成氧化物的结果，转化系数见表 13。

表 13 铁、铝、钙、镁单质元素转化为其氧化物的系数

元素	Fe-Fe ₂ O ₃	Al-Al ₂ O ₃	Ca-CaO	Mg-MgO
转化系数	1.429 7	1.889 5	1.399 2	1.658 3

5.8.6 允许误差

允许误差应符合表 14 的规定。

表 14 铁、铝、钙、镁测定的允许误差

含量范围/%	允许误差/%	
	同一实验室	不同实验室
≤0.25	±0.02	±0.03
>0.25~0.50	±0.03	±0.04
>0.50~1.00	±0.04	±0.06

6 总碳的测定

6.1 吸收重量法

6.1.1 原理

试样加助熔剂在氧气流中高温加热，使碳化硅中的碳及表面碳(游离碳)完全燃烧生成二氧化碳，用苏打石灰吸收管吸收，由其增重即可求得总碳的含量。

6.1.2 试剂

- 6.1.2.1 四氧化三铅：粉状，于 500 ℃灼烧 1 h，放入干燥器中冷却备用。
- 6.1.2.2 氧化铝(Al₂O₃)粒，粒径在 0.1 mm~0.3 mm 之间。
- 6.1.2.3 其他试剂见 5.1.2.2.1~5.1.2.2.5。

6.1.3 仪器设备

碳测定装置，见图 1。

6.1.4 试验步骤

将管式炉的温度升至 $1\ 150\ ^\circ\text{C}\sim 1\ 200\ ^\circ\text{C}$,按图 1 连接好装置并确保其密封性,通氧(速率为 $300\ \text{mL/min}$) $15\ \text{min}$ 后,称量二氧化碳吸收管(10、11)的质量。称取试样 $0.1\ \text{g}\sim 0.15\ \text{g}$,精确至 $1\ \text{mg}$,加入 $2\ \text{g}$ 四氧化三铅(见 6.1.2.1)混匀,置于经高温灼烧过的燃烧瓷舟中,燃烧舟底部铺一层 Al_2O_3 粒。再加 $1\ \text{g}$ 四氧化三铅(见 6.1.2.1)覆盖表面,放入管式炉的高温处,迅速连好接头通氧(速率为 $300\ \text{mL/min}$) $25\ \text{min}$ 后,关闭吸收管活塞及氧气开关,取下吸收管称量。增加的质量就是产生的二氧化碳量。

6.1.5 试验数据处理

总碳的质量分数用 $w(\text{C}_\text{T})$ 表示,按公式(17)计算。

$$w(\text{C}_\text{T}) = \frac{(m_{28} - m_{27}) \times K_7}{m_{26}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (17)$$

式中:

m_{26} ——试样质量,单位为克(g);

m_{27} ——燃烧前吸收管质量,单位为克(g);

K_7 ——二氧化碳换算为碳的系数, $\left[K_7 = \frac{M(\text{C})}{M(\text{CO}_2)} = 0.272\ 9 \right]$;

m_{28} ——燃烧后吸收管质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

6.2 红外吸收法

6.2.1 原理

试样在氧气流中燃烧将碳转化成二氧化碳。利用氧气流中二氧化碳的红外吸收面积进行测定。

6.2.2 试剂或材料

6.2.2.1 氧气,高纯(质量分数大于 99.5%)。

6.2.2.2 高氯酸镁,试剂级,粒度为 $0.7\ \text{mm}\sim 1.2\ \text{mm}$,用于吸收水汽。

6.2.2.3 纯铁催化剂,粒度为 $0.4\ \text{mm}\sim 0.8\ \text{mm}$,碳的质量分数小于 0.001% 。

6.2.2.4 助熔剂,钨锡合金,粒度为 $0.4\ \text{mm}\sim 0.8\ \text{mm}$,碳的质量分数小于 0.001% 。

6.2.2.5 标准物质,所有用于校准和校准验证的标准物质应由国际公认的组织认证,并且通过一个或多个国家或国际实验室的测试项目充分验证过。优先选择由仲裁方式测定的物质。

6.2.3 仪器设备

6.2.3.1 碳测定仪,由红外源、独立的测量池和参比池,以及作为平容板的隔膜组成。

6.2.3.2 瓷坩埚,与仪器配套使用,燃烧不产生含碳的化学物质,使空白值控制在特定范围内。瓷坩埚中碳的污染物通常可通过在空气中将坩埚置于高温炉中燃烧除去, $1\ 000\ ^\circ\text{C}$ 燃烧时间不少于 $40\ \text{min}$ 。然后将坩埚取出,置于干净的耐热盘中,冷却 $2\ \text{min}\sim 3\ \text{min}$,最后将坩埚贮于干燥器中。

6.2.3.3 坩埚钳。

6.2.4 试验步骤

警告:与燃烧分析有关的主要危险是预烧坩埚及由此产生的熔融状态时发生的燃烧。任何时候都要使用坩埚钳,并将用过的坩埚存放在合适的容器中。打开氧气阀时要小心。燃烧过程中的氧气应从

仪器中清除掉,因为高浓度的氧气在狭小的空间中易造成火灾。

6.2.4.1 测定空白值

根据仪器范围称取选定质量的助熔剂和催化剂(精确至 5 mg),置于坩埚中测量碳的空白值。重复测定三次以上,取其平均值。如果仪器不能自动校准空白值,应从总结果中减去空白值。

6.2.4.2 校准

根据碳浓度的范围,选择标准物质,按未知样品分析校准试样。重复测定三次及以上,进行校准。按照新的校准曲线测试标准样品,若测试结果与标准值接近,并在其允许的误差范围内,则可测试样品。否则需要重新校准。

6.2.4.3 样品测定

称取约 0.05 g 试样,精确到 0.000 1 g,置于坩埚中,根据仪器说明称取选定质量的助熔剂和催化剂(精确至 5 mg),测定试样中碳含量。重复测定三次以上,取其平均值。

6.2.5 试验数据处理

总碳的质量分数用 $w(C_T)$ 表示,按公式(18)计算。

$$w(C_T) = \frac{(D_2 - E_2) \times K_8}{m_{29}} \times 100\% \dots\dots\dots (18)$$

式中:

- D_2 ——试样红外吸收峰面积的数值;
- E_2 ——空白试验时红外吸收峰面积的数值;
- K_8 ——校准曲线系数值;
- m_{29} ——试样质量,单位为克(g)。

注:大多数商业仪器具备直接计算质量分数的功能,包括对空白和样品质量的校正。
计算结果表示到小数点后两位。

6.3 允许误差

允许误差应符合表 15 的规定。

表 15 总碳测定的允许误差

同一实验室	不同实验室
±0.25%	±0.30%

7 碳化硅的测定

7.1 直接法测定

7.1.1 原理

该方法仅适用于 F2000(P5000 或 J8000)及以粗的磨料试样。

试样经氢氟酸-硝酸-硫酸处理使表面的硅和二氧化硅生成挥发性的四氟化硅逸出,用盐酸浸取使表面杂质溶解,测定残留物量即为碳化硅的含量。F400(P800 或 J700)以细的磨料试样只用氢氟酸处

理,需减去其中的硅含量。

7.1.2 试剂

7.1.2.1 硝酸:密度 1.42 g/cm³。

7.1.2.2 氢氟酸:质量分数不小于 40%。

7.1.2.3 盐酸:(1+1)、(5+95)。

7.1.2.4 硫酸(1+1):将浓硫酸(密度 1.84 g/cm³)在不断搅拌下缓慢倒入水中并按 1:1 的比例稀释。

7.1.3 试验步骤

7.1.3.1 F400(P800 或 J700)及以粗的磨料或结晶块试样的测定

称取约 1 g 试样,精确到 0.000 1 g,放入铂皿中,用少量水润湿,加硝酸(7.1.2.1) 2 mL、硫酸(1+1) 3 滴~5 滴、氢氟酸(7.1.2.2) 15 mL,将铂皿置于砂浴或电炉上蒸发至三氧化硫白烟冒尽,取下稍冷,加盐酸(1+1)15 mL,于砂浴或电炉上加热 10 min~15 min 使表面杂质溶解,稍冷,用中速定量滤纸过滤,用温热的盐酸(5+95)洗涤铂皿及残留物 7 次~8 次,再用纯水冲洗滤纸及残留物 7 次~8 次,滤液及洗液收集于 250 mL 容量瓶中,冷却后稀释至刻度,摇匀。此滤液也可用作测定三氧化二铁(铁)、三氧化二铝(铝)、氧化钙(钙)、氧化镁(镁)。

将残留物及滤纸放入铂皿中,低温灰化后于 750 °C±10 °C 灼烧,冷却,称量,反复灼烧至恒重。

7.1.3.2 F400(P800 或 J700)以细的磨料试样的测定

称取约 1 g 样品,精确到 0.000 1 g,放入铂皿中,用少量水润湿,加氢氟酸(7.1.2.2) 10 mL,于砂浴或电炉上蒸发至干,再加氢氟酸(7.1.2.2) 5 mL 继续蒸发至干,保持 30 min,取下稍冷,加盐酸(1+1) 15 mL,于砂浴或电炉上加热 10 min~15 min,稍冷,用中速定量滤纸加少许滤纸浆过滤,用温热的盐酸(5+95)洗涤铂皿及残留物 7 次~8 次,再用纯水冲洗滤纸及残留物 7 次~8 次,滤液及洗液收集于 250 mL 容量瓶中,冷却后稀释至刻度,摇匀。此滤液也可用作测定三氧化二铁(铁)、三氧化二铝(铝)、氧化钙(钙)、氧化镁(镁)。

将残留物及滤纸放入铂皿中,低温灰化后于 650 °C±10 °C 灼烧,冷却,称量,反复灼烧至恒重。

7.1.4 试验数据处理

7.1.4.1 F400(P800 或 J700)及以粗的磨料或结晶块试样的计算

碳化硅的质量分数用 $w(\text{SiC})$ 表示,按公式(19)计算。

$$w(\text{SiC}) = \frac{m_{32} - m_{31}}{m_{30}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (19)$$

式中:

m_{32} ——残留物加铂皿质量,单位为克(g);

m_{31} ——铂皿质量,单位为克(g);

m_{30} ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

7.1.4.2 F400(P800 或 J700)以细的磨料试样的计算

碳化硅的质量分数用 $w(\text{SiC})$ 表示,按公式(20)计算。

$$w(\text{SiC}) = \frac{m_{35} - m_{34}}{m_{33}} \times 100\% - w(\text{Si}_\text{F}) \quad \dots\dots\dots (20)$$

式中：

m_{35} ——残留物加铂皿质量，单位为克(g)；

m_{34} ——铂皿质量，单位为克(g)；

m_{33} ——试样质量，单位为克(g)；

$w(\text{Si}_\text{F})$ ——游离硅的含量，单位为质量分数(%)。

计算结果表示到小数点后两位。

7.2 间接法测定

7.2.1 酸处理失量中的残余碳化硅

该方法仅对 F400(P800 或 J700)及以粗的磨料或结晶块试样适用，计算基于 5.1 表面碳(游离碳)和 5.4 酸处理失量的结果。

残余碳化硅的质量分数用 $w(\text{SiC})$ 表示，按公式(21)计算。

$$w(\text{SiC}) = 100\% - [w(\text{LAT}) + w(\text{C}_\text{F})] \dots\dots\dots (21)$$

式中：

$w(\text{LAT})$ ——酸处理失量，单位为质量分数(%)；

$w(\text{C}_\text{F})$ ——表面碳(游离碳)的含量，单位为质量分数(%)。

计算结果表示到小数点后两位。

7.2.2 总碳和表面碳(游离碳)换算残余碳化硅

该方法适用于所有粒度的磨料和结晶块，不受第 1 章中“碳化硅含量不小于 95%(质量分数)”规定的适用范围限制。

碳化硅的质量分数用 $w(\text{SiC})$ 表示，按公式(22)计算。

$$w(\text{SiC}) = [w(\text{C}_\text{T}) - w(\text{C}_\text{F})] \times K_9 \dots\dots\dots (22)$$

式中：

$w(\text{C}_\text{T})$ ——样品中总碳的质量分数，%；

$w(\text{C}_\text{F})$ ——样品中表面碳(游离碳)的质量分数，%；

K_9 ——碳换算成碳化硅的系数， $\left[K_9 = \frac{M(\text{SiC})}{M(\text{C})} = 3.338\ 3 \right]$ 。

计算结果表示到小数点后两位。

7.3 允许误差

允许误差应符合表 16 的规定。

表 16 碳化硅测定的允许误差

同一实验室	不同实验室
±0.30%	±0.40%

8 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

a) 试样名称；

- b) 所使用的标准(本文件编号)；
- c) 所使用的方法；
- d) 分析结果；
- e) 观察到的异常现象；
- f) 试验人员；
- g) 试验日期。

附录 A
(资料性)

本文件与 ISO 9286:2021 结构编号对照情况

表 A.1 给出了本文件与 ISO 9286:2021 结构编号对照情况。

表 A.1 本文件与 ISO 9286:2021 结构编号对照情况

本文件结构编号	ISO 9286:2021 结构编号
1	1
2	2
3	3
4	4.2,4.3
5	4
5.1	4.4
5.1.1	4.4.1
5.1.2	4.4.2
5.1.2.2	4.1
5.1.3	4.4.3
5.1.4	—
5.1.5	—
5.2	4.5
5.2.1	4.5.1,4.5.2
5.2.2	4.5.4
5.2.3	—
5.3	4.6
5.3.1	4.6.1
5.3.2	4.6.2
5.3.3	4.6.4
5.3.4	—
5.4	4.7
5.4.1,5.4.2,5.4.3,5.4.4,5.4.5	4.7.1,4.7.2,4.7.3,4.7.4,4.7.5
5.4.6	—
5.5,5.6,5.7,5.8	4.9
6	4.8
6.1	4.8.2
6.2	4.8.3
6.1.1,6.2.1	4.8.1

表 A.1 本文件与 ISO 9286:2021 结构编号对照情况（续）

本文件结构编号	ISO 9286:2021 结构编号
6.3	—
7	—
7.1	—
7.2	4.10
7.2.1	4.10.1
7.2.2	4.10.3
7.3	—
8	5
附录 A	—
附录 B	—
—	4.5.3,4.6.3,4.10.2

附 录 B
(资料性)

本文件与 ISO 9286:2021 的技术性差异及其原因

表 B.1 给出了本文件与 ISO 9286:2021 的技术性差异及其原因。

表 B.1 本文件与 ISO 9286:2021 的技术性差异及其原因

本文件结构 编号	技术差异	原因
4.1	用规范性引用的 GB/T 4676 替换了 ISO 9138， 增加样品取样量的规定	适应我国对取样的要求； 完善样品制备过程，便于本文件的应用
4.1 4.2	增加刚玉研钵的使用	增加结晶块样品制备时所用的刚玉研钵，提高本 文件的实用性
5.1.2.2	增加试剂及实验室用水要求	明确所用试剂及用水要求，便于本文件的应用
5.1.2.2	增加试剂及材料的具体说明	补充试验具体所用试剂及材料，便于本文件的 应用
5.1.2.3	更改碳测定装置的示意图	减少装有氯化钡溶液的洗气瓶，提高本文件的通 用性
5.1.3	重新编写红外吸收法测定表面碳(游离碳)的 方法	完善原理、试剂材料、试验步骤、数据处理等内 容，增加可操作性，便于本文件的应用
5.1.4	增加灼烧减量法测定表面碳(游离碳)	灼烧减量法简单易操作，提高本文件的实用性
5.2.1.5	更改计算公式	在公式中增加标准溶液的物质的量浓度，提高计 算的准确性
5.2.2.1 5.3.3.1	增加分光光度法原理中草硫混酸-硫酸亚铁铵试 剂测定二氧化硅或表面硅的化学反应式	增加试剂，完善分光光度法测定方法，提高本文 件的通用性
5.2.2.2	增加分光光度法中草硫混酸-硫酸亚铁铵试剂测 定二氧化硅或表面硅	
5.2.2.4 5.3.3.4	增加分光光度法中草硫混酸-硫酸亚铁铵试剂测 定二氧化硅或表面硅的试验步骤	补充分光光度法测定方法，增加文件的通用性
5.2	删除氢氟酸失量法测定表面二氧化硅的方法	氢氟酸失量法适用于常量测试，对于部分碳化硅 中表面二氧化硅低含量样品不适用
5.3.2.4.1	增加装置的准备和检查	试验前准备，提高试验结果的准确性
5.3.3.1	增加化学反应式	补充反应原理，便于本文件的应用
5.3	删除银置换法测定表面硅的方法	银置换法测定表面硅适用于常量测试，对于部分 碳化硅中表面硅低含量样品不适用
5.4.1	增加酸处理失量法测定碳化硅含量的适用粒度 范围	提高本文件的实用性

表 B.1 本文件与 ISO 9286:2021 的技术性差异及其原因 (续)

本文件结构 编号	技术差异	原因
5.5.1	增加分光光度法测定三氧化二铁的方法	满足我国检测的需要,提高本文件的实用性
5.6.1	增加分光光度法测定三氧化二铝的方法	
5.7	增加原子吸收光谱法测定氧化钙和氧化镁的原理、试剂、试验步骤等	完善方法细节,提高本文件的实用性
5.8	增加电感耦合等离子体发射光谱法测定铝、铁、钙、镁的原理、试剂、试验步骤等	
6.2	增加红外吸收法测定总碳的原理、试剂及材料仪器设备、试验步骤等内容	
7.1	增加直接法测定碳化硅含量	满足我国检测的需要,提高本文件的实用性
7	删除残余碳化硅计算中“通过分析杂质后得出残余碳化硅含量”的方法	我国部分企业杂质检测还采用氧化物计算,无法通过这一方法得出残余碳化硅含量
5.1.5 5.2.3 5.3.4 5.4.6 5.5.3 5.6.3 5.7.6 5.8.6 6.3 7.3	增加表面碳(游离碳)、二氧化硅、表面硅(游离硅)、酸处理失量、铁、铝、钙、镁、总碳、碳化硅测定的允许误差	增加各物质测定的允许误差,便于本文件的应用

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
普通磨料 碳化硅化学分析方法
GB/T 3045—2024

*

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

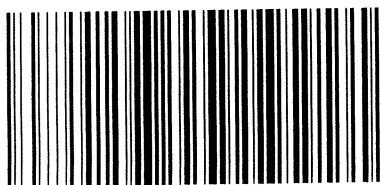
*

开本 880×1230 1/16 印张 2.5 字数 61 千字
2024 年 9 月第一版 2024 年 9 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-77283 定价 65.00 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 3045-2024

