

中华人民共和国国家标准

GB/T 16400—2015
代替 GB/T 16400—2003

绝热用硅酸铝棉及其制品

Aluminium silicate wool and it's products for thermal insulation

2015-12-31 发布

2016-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 16400—2003《绝热用硅酸铝棉及其制品》，与 GB/T 16400—2003 相比，主要技术变化如下：

- 增加了硅酸铝棉纸、组件的术语和定义及技术指标(见 3.4、3.5、5.2 和 5.4)；
- 调整了部分类型的化学成分指标的要求，并加入“含铬型”成分类型(见 4.1.2, 2003 版 5.1.1)；
- 修改了产品分类及标记(见 4.1 和 4.2, 2003 版 4.1 和 4.2)；
- 修改了尺寸范围和允许偏差(见 5.2.1、5.3.1 和 5.4.1, 2003 版 5.2.1、5.3.1 和 5.3.2)；
- 修改了制品密度系列(见 5.2.1、5.3.1 和 5.4.1, 2003 版 5.2.1、5.3.1 和 5.3.2)；
- 将导热系数平均温度的允差范围缩小为±1℃(见 5.2.5, 2003 版 5.2.2 和 5.3.3)；
- 按新密度的指标范围，给出了对应的导热系数、抗拉强度指标(见 5.2.5、5.2.6 和 5.2.7)；
- 删除抗拉强度(湿法模压成型产品)指标要求(2003 版 5.3.5)；
- 增加选做性能：对铝、铜、钢的腐蚀性(见 6.2.2)；
- 增加选做性能：压缩强度(见 6.5)；
- 删除原标准中“含水率的测定”附录，改用相应现行国家标准(见 7.8, 2003 版 6.4)；
- 增加规范性附录“总铬(TCr₂O₃)及六价铬[Cr(VI)]的测定”(见附录 A)。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国绝热材料标准化技术委员会(SAC/TC 191)归口。

本标准负责起草单位：南京玻璃纤维研究设计院有限公司、山东鲁阳股份有限公司、山东红阳耐火保温材料股份有限公司、浙江省德清县浦森耐火材料有限公司、奇耐联合纤维(苏州)有限公司、摩根热陶瓷(上海)有限公司、苏州伊索来特耐火纤维有限公司、河北神州保温建材集团有限公司、河北国美新型建材有限公司、国家玻璃纤维产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：王佳庆、张游、李勇、王玲、鹿成洪、孙选、夏森权、蔡铭放、刘晓庆、张晓军、高登峰、高建侠、崔军、张剑红、李志鹏、廖兵、翁志明。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 16400—1996、GB/T 16400—2003。

绝热用硅酸铝棉及其制品

1 范围

本标准规定了绝热用硅酸铝棉及其制品的分类和标记、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于工业热力设备、窑炉和管道高温绝热用的硅酸铝棉、硅酸铝棉板、硅酸铝棉毡、硅酸铝棉针刺毯、硅酸铝棉纸、硅酸铝棉管壳、硅酸铝棉异形制品、硅酸铝棉组件等。

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 191 包装储运图示标志
- GB/T 4132 绝热材料及相关术语
- GB/T 4984 含锆耐火材料化学分析方法
- GB/T 5480 矿物棉及其制品试验方法
- GB/T 6900 铝硅系耐火材料化学分析方法
- GB 8624—2012 建筑材料及制品燃烧性能分级
- GB/T 10294 绝热材料稳态热阻及有关特性的测定 防护热板法
- GB/T 10299 绝热材料憎水性试验方法
- GB/T 11835—2007 绝热用岩棉、矿渣棉及其制品
- GB/T 13480 建筑用绝热制品 压缩性能的测定
- GB/T 17393 覆盖奥氏体不锈钢用绝热材料规范
- GB/T 17911 耐火材料 陶瓷纤维制品试验方法
- GB/T 20313 建筑材料及制品的湿热性能含湿率的测定 烘干法
- JC/T 618 绝热材料中可溶出氯化物、氟化物、硅酸盐及钠离子的化学分析方法

3 术语和定义

GB/T 4132 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

硅酸铝棉板 aluminum silicate wool board

用加有粘结剂的硅酸铝棉制成的具有一定刚度的平面制品。

3.2

硅酸铝棉毡 aluminum silicate wool felt

用加有粘结剂的硅酸铝棉制成的具有一定柔性的平面制品。

3.3

硅酸铝棉针刺毯 needled aluminum silicate wool blanket

将不加粘结剂的硅酸铝棉采用针刺方法,制成具有一定尺寸且具有柔性的平面制品。

3.4

硅酸铝棉纸 aluminum silicate wool paper

将硅酸铝棉加入一定量的有机或无机粘结剂,用造纸的方法加工而成的制品。

3.5

硅酸铝棉组件 aluminum silicate wool module

通过针刺缝纫、堆叠或折叠等方式将毡制成厚部件,并压缩成高密度,多用于整体锚固系统。

3.6

加热永久线变化 permanent linear change on heating

在规定的温度下,恒温一定时间后冷却至室温,试样线尺寸的不可逆变化量占原长度的百分率。

3.7

分类温度 classified temperature

在保温 24 h 后,加热永久线变化不小于-5.0%时的最高温度,以℃表示。

3.8

管壳偏心度 pipe section eccentricity

表征管壳横截面内外圆的偏心程度,用厚度的极差相对于标称厚度的百分率表示。

4 分类和标记

4.1 分类

4.1.1 产品按其分类温度分为 6 类,见表 1。

表 1 分类温度

分类温度号	分类温度/℃	推荐使用温度/℃
1 号	1 000	≤800
2 号	1 200	≤1 000
3 号	1 250	≤1 100
4 号	1 350	≤1 200
5 号	1 400	≤1 250
6 号	1 500	≤1 350

注:推荐使用温度指材料长期使用的推荐温度,一般比分类温度低 150 ℃~200 ℃,具体应视实际使用工况而定。

4.1.2 产品按其化学成分分为 6 类(括号内的字母为本成分类型的标记),普通型(C)、标准型(S)、高纯型(P)、高铝型(A)、含锆型(Zr)、含铬型(Cr)。

4.1.3 产品按其形态分为硅酸铝棉、硅酸铝棉板、硅酸铝棉毡、硅酸铝棉针刺毡、硅酸铝棉纸、硅酸铝棉管壳、硅酸铝棉异形制品、硅酸铝棉组件(简称棉、板、毡、毯、纸、管壳、异形制品、组件)。

4.2 产品标记

4.2.1 产品标记的组成

产品标记由 5 部分组成:产品名称(全称)、分类温度号、成分类型缩写、产品技术特征值(体积密度、尺寸)和本标准号。含无机粘结剂或其他无机填料的制品,在成分类型缩写后加标(X)。

4.2.2 标记示例

示例 1:

密度为 190 kg/m³, 长度×宽度×厚度为 1 200 mm×600 mm×30 mm 的 4 号含无机粘结剂的高铝型硅酸铝棉板标记为:

硅酸铝棉板 4 号 A(X)-190-1 200×600×30 GB/T 16400—2015

示例 2:

密度为 200 kg/m³, 内径×长度×壁厚为 89 mm×1 000 mm×50 mm 的 2 号高纯型硅酸铝棉管壳标记为:

硅酸铝棉管壳 2 号 P-200-φ89×1 000×50 GB/T 16400—2015

示例 3:

密度为 160 kg/m³, 长度×宽度×厚度为 300 mm×300 mm×150 mm 的 5 号含锆型硅酸铝棉组件标记为:

硅酸铝棉组件 5 号 Zr-160-300×300×150 GB/T 16400—2015

5 要求

5.1 棉

5.1.1 棉的化学成分应符合表 2 的规定, 含无机粘结剂或其他无机填料的制品不适用表 2 的规定。

表 2 成分类型

成分类型	w(Al ₂ O ₃)	w(Al ₂ O ₃ + SiO ₂)
普通型(C)	≥40.0%	≥95.0%
标准型(S)	≥43.0%	≥97.0%
高纯型(P)	≥43.0%	≥98.5%
高铝型(A)	≥52.0%	≥98.5%
含锆型(Zr)	w(Al ₂ O ₃ + SiO ₂ + ZrO ₂) ≥ 99.0%, w(ZrO ₂) ≥ 15.0%	
含铬型(Cr)	w(Al ₂ O ₃ + SiO ₂ + TCr ₂ O ₃) ≥ 99.0%, 总铬(TCr ₂ O ₃) ≥ 1.2%, 六价铬[Cr(VI)] ≤ 0.1%	

5.1.2 棉的粒径大于 0.212 mm 的渣球含量应不大于 20.0%。

5.2 毯、毡和纸

5.2.1 毯、毡和纸的尺寸与密度的标称值由供需双方商定, 允许偏差应符合表 3 的规定。

表 3 毯、毡和纸的尺寸与体积密度的允许偏差

类型	长度允许偏差	宽度允许偏差	厚度		密度允许偏差
			标称值	允许偏差	
毯	不允许负偏差	+15 mm -2 mm	<20 mm	+4 mm -2 mm	±15%
			≥20 mm	+8 mm -2 mm	
毡	±4 mm	±3 mm	<15 mm	+2 mm -2 mm	±15%
			≥15 mm	+3 mm -3 mm	

表 3 (续)

类型	长度允许偏差	宽度允许偏差	厚度		密度允许偏差
			标称值	允许偏差	
纸	不允许负偏差	±2 mm	<2 mm	+0.3 mm -0.2 mm	±15%
			≥2 mm	+0.5 mm -0.5 mm	

5.2.2 毯、毡和纸的化学成分应符合表 2 的规定。

5.2.3 毯、毡和纸的粒径大于 0.212 mm 的渣球含量应不大于 20.0%。

5.2.4 毯、毡和纸的加热永久线变化应不小于 -5.0%。

5.2.5 毯、毡和纸的导热系数应符合表 4 的规定。

表 4 导热系数指标

标称密度 kg/m ³	导热系数(平均温度 500 °C ± 1 °C) W/(m · K)
<64	≤0.192
64~95	≤0.178
96~127	≤0.161
128~160	≤0.156
>160	≤0.153

5.2.6 毯和毡的抗拉强度应符合表 5 的规定。

表 5 毯和毡的抗拉强度指标

标称密度 kg/m ³	抗拉强度 kPa
<64	≥7
64~95	≥10
96~127	≥14
128~159	≥21
160~192	≥28
>192	≥35

5.2.7 纸的抗拉强度应符合表 6 的规定。

表 6 纸的抗拉强度指标

厚度 mm	抗拉强度 kPa
<2.0	≥250
2.0~2.9	≥200
3.0~3.9	≥150
≥4.0	≥100

5.3 板、管壳

5.3.1 板的尺寸、密度的标称值由供需双方商定,允许偏差应符合表 7 的规定;管壳的尺寸、密度的标称值由供需双方商定,允许偏差应符合表 8 的规定。

表 7 板的尺寸、密度及允许偏差

长度允许偏差 mm	宽度允许偏差 mm	厚度允许偏差 mm	密度允许偏差 %
±5	±5	+3 -2	±15

表 8 管壳的尺寸、体积密度及允许偏差

长度允许偏差 mm	厚度允许偏差 mm		内径允许偏差 mm		管壳偏心度 %	密度允许偏差 %
	标称值	允许偏差	标称值	允许偏差		
+10 0	<45	+4 -2	<102	+3 -1	≤10	±15
	≥45	+5 -3	≥102	+4 -1		

5.3.2 板和管壳的化学成分应符合表 2 的规定。

5.3.3 板和管壳粒径大于 0.212 mm 的渣球含量应不大于 20.0%。

5.3.4 板和管壳的加热永久线变化应不小于-5.0%。

5.3.5 板和管壳的导热系数应符合表 4 的规定。

5.4 异形制品、组件

5.4.1 异形制品、组件的尺寸及允许偏差由供需双方确定,密度的标称值由供需双方确定,允许偏差应不超过±15%。

5.4.2 异形制品、组件的粒径大于 0.212 mm 的渣球含量应不大于 20.0%。

5.4.3 异形制品、组件的加热永久线变化应不小于-5.0%。

5.4.4 异形制品、组件的导热系数应符合表 4 的规定。

6 其他要求

6.1 含水率

湿法制品含水率应不大于 1.0%。

6.2 腐蚀性

6.2.1 用于覆盖奥氏体不锈钢时,浸出液离子含量应符合 GB/T 17393 的要求。

6.2.2 用于覆盖铝、铜、钢材时,采用 90%置信度的秩和检验法,对照样的秩和应不小于 21。

6.3 燃烧性能级别

有要求时,其燃烧性能级别应达到 GB 8624—2012 规定的 A 级。

6.4 防水性能

有要求时,质量吸湿率应不大于 5.0%,憎水率应不小于 98.0%。

6.5 压缩强度

有要求时,应进行压缩强度测试,指标由供需双方确定。

7 试验方法

7.1 试样制备

应以供货形态制备试样。当产品由于其形状不适宜进行试验或制备试样时,可用同一生产工艺、同一配方、同期生产、相同体积密度的适宜进行试验的样品代替。

7.2 尺寸、密度和管壳偏心度

尺寸、密度按 GB/T 5480 的规定进行,管壳偏心度按 GB/T 11835—2007 附录 A 的规定进行。

当进行毡、毡和纸的密度测试时,若实际厚度大于标称厚度,密度应按标称厚度计算,否则应按实测厚度计算。

7.3 化学成分

Al_2O_3 和 SiO_2 按 GB/T 6900 的规定进行, ZrO_2 按 GB/T 4984 的规定进行,总铬(TCr_2O_3)及六价铬[Cr(VI)]按本标准附录 A 的规定进行。

7.4 渣球含量

按 GB/T 5480 的规定进行。

7.5 加热永久线变化

按 GB/T 17911 的规定进行。试验温度为分类温度,加热方法为慢热法。

管壳制品的加热永久线变化沿样品的长度方向取样,尺寸为 150 mm×50 mm×试样原厚,测量间距为 100 mm。异形制品采用同材质、同密度、同粘结剂含量的板材进行测定。

7.6 导热系数

按 GB/T 10294 的规定进行。管壳、异形制品的导热系数可采用同材质、同密度、同粘结剂含量的板材进行测定。组件的导热系数用组成组件的毯进行测定。

7.7 抗拉强度

按 GB/T 17911 的规定进行。

7.8 含水率

按 GB/T 20313 的规定进行,试样质量为 $10\text{ g}\pm 1\text{ g}$,试样数量为 3 个。

7.9 腐蚀性

对铝、铜、钢材的腐蚀性,按 GB/T 11835—2007 附录 E 的规定进行,对奥氏体不锈钢的腐蚀性,按 JC/T 618 的规定进行。

7.10 燃烧性能级别

按 GB 8624—2012 的规定进行。

7.11 防水性能

质量吸湿率按 GB/T 5480 的规定进行,憎水率按 GB/T 10299 的规定进行。

7.12 压缩强度

按 GB/T 13480 的规定进行,试样尺寸(200×200)mm,厚度为样品原厚,试样数量 5 块。

8 检验规则

8.1 出厂检验

产品出厂前,应进行出厂检验。

8.2 型式检验

型式检验是指为考核产品质量而对标准中规定的技术要求进行的全项检验。有下列情况之一时,应进行型式检验:

- a) 新产品或老产品转厂生产的试制定型鉴定;
- b) 正式生产后,原材料,工艺有较大的改变,可能影响产品性能时;
- c) 正常生产时,每年至少进行一次;
- d) 产品停产 1 个月后,恢复生产时;
- e) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时。

8.3 检验项目

出厂检验和型式检验的检验项目见表 9。

表 9 检验项目

项 目		棉		毡、毡、纸		板		管壳		异形制品、组件	
		出厂	型式	出厂	型式	出厂	型式	出厂	型式	出厂	型式
尺寸	长度			√	√	√	√	√	√		
	宽度			√	√	√	√				
	厚度			√	√	√	√	√	√		
	内径							√	√		
	管壳偏心率							√	√		
密度			√	√	√	√	√	√	√	√	
化学成分	√	√		√		√		√	√	√	
渣球含量	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√	
加热永久线变化			√	√	√	√	√	√	√	√	
导热系数				√		√		√	√	√	
抗拉强度			√	√							
含水率 ^a			√	√	√	√	√	√	√	√	
腐蚀性		*		*		*		*	*	*	
燃烧性能级别				*		*		*	*	*	
质量吸湿率				*		*		*	*	*	
憎水率				*		*		*	*	*	
压缩强度							*			*	

注：“√”表示应检项目；“*”表示选检项目。

^a 仅对湿法制品。

8.4 组批

以同一原料,同一生产工艺,同一品种,稳定连续生产的产品为一个检查批。
一个检查批由一个或多个均匀的交付批组成。检查批不大于一周的生产量。

8.5 抽样

8.5.1 样本的抽取

单位产品应从检查批中随机抽取,样本可以由一个或多个单位产品构成。所有的单位产品被认为是质量相同的,必须的试样可从单位产品中抽取。

8.5.2 抽样方案

型式检验和出厂检验的批量大小和样本大小的二次抽样方案见表 10。

表 10 二次抽样方案

型式检验					出厂检验					
批量大小			样本大小		批量大小				样本大小	
管壳包	棉包	板、毡、 毡、纸 m ²	第一样本	总样本	管壳包	棉包	板、毡、 毡、纸 m ²	生产天数	第一样本	总样本
15	150	1 500	2	4	30	300	3 000	1	2	4
25	250	2 500	3	6	50	500	5 000	2	3	6
50	500	5 000	5	10	100	1 000	10 000	3	5	10
90	900	9 000	8	16	180	1 800	18 000	7	8	16
150	1 500	15 000	13	26						
280	2 800	28 000	20	40						
>280	>2 800	>28 000	32	64						

8.6 判定规则

8.6.1 所有的性能应看作独立的。品质要求以测定结果的修约值进行判定。

8.6.2 外观、尺寸允许偏差、管壳偏心度、密度采用计数判定,接收质量限(AQL)为 15,其判定规则见表 11。

表 11 计数检查的判定规则

样本大小		第一样本		总样本	
第一样本	总样本	Ac	Re	Ac	Re
I	II	III	IV	V	VI
2	4	0	2	1	2
3	6	0	3	3	4
5	10	1	4	4	5
8	16	2	5	6	7
13	26	3	7	8	9
20	40	5	9	12	13
32	64	7	11	18	19

注: Ac——接收数, Re——拒收数。

根据样本检查结果,若第一样本中相关性能的缺陷数小于或等于第一接收数 Ac(表 11 中第 III 栏),则该批的计数检查可接收。若第一样本中的缺陷数大于或等于第一拒收数 Re(表 11 中第 IV 栏),则判该批不合格。

若第一样本中相关性能的缺陷数在第 1 样本接收数 Ac 和拒收数 Re 之间,则样本数应增至总样本数,并以总样本检查结果去判定。

若总样本中的缺陷数小于或等于总样本接收数 Ac(表 11 中第 V 栏),则判该批计数检查可接收。若总样本中的缺陷数大于或等于总样本拒收数 Re(表 11 中第 VI 栏),则判该批不合格。

8.6.3 化学成分、渣球含量、加热永久线变化、导热系数、抗拉强度、含水率、腐蚀性、燃烧性能级别、吸

湿率、憎水率、压缩强度等性能按测定的平均值判定。若第一样本的测定值合格,则判定该批产品上述性能单项合格。若不合格,应再测定第二样本,并以两个样本测定结果的平均值,作为批质量各单项合格与否的判定。

8.6.4 批质量的综合判定规则是:合格批的所有品质指标,必须同时符合 8.6.2 和 8.6.3 规定的可接收的合格要求,否则判该批产品不合格。

9 标志、标签和使用说明书

在标志、标签或使用说明书上应标明:

- a) 产品标记、商标;
- b) 生产企业名称、详细地址;
- c) 产品的净重或数量;
- d) 生产日期或批号;
- e) 标志符号按 GB/T 191 规定;
- f) 注明指导使用温度的提示语。

10 包装、运输及贮存

10.1 包装

包装材料应具有防潮性能,每一包装中应放入同一规格的产品,特殊包装由供需双方商定。

10.2 运输

运输时应使用干燥防雨的工具运输、搬运时应轻拿轻放。

10.3 贮存

应在干燥通风的库房里贮存,并按品种、规格分别堆放,避免重压。

附录 A (规范性附录)

总铬(TCr₂O₃)和六价铬(Cr(VI))的测定

A.1 总铬(TCr₂O₃)的测定

A.1.1 原理

试料用硝酸、高氯酸和氢氟酸分解制成溶液后,用电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP)法或原子吸收(AAS)法测定总铬(TCr₂O₃)的含量。

A.1.2 试剂

除非另有说明,总铬(TCr₂O₃)的测定使用新制备的去离子水或蒸馏水,测定总铬使用下列试剂。

- a) 硝酸:密度 1.42 g/mL。
- b) 高氯酸:70%。
- c) 氢氟酸:40%。
- d) 盐酸:1+1。
- e) 铬标准储备溶液:称取 2.828 7 g±0.000 1 g 预先经 110 °C 干燥至恒重的优级纯重铬酸钾溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至标线,摇匀。贮于塑料瓶中。此溶液铬的浓度为 1 mg/mL。
- f) 铬标准溶液:取 5.00 mL 铬标准储备溶液于 250 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸,稀释至标线,摇匀。此溶液铬的浓度为 0.02 mg/mL。
- g) 铬工作曲线系列溶液:取铬标准溶液 0.00 mL、0.50 mL、1.25 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL 分别放入一组 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸,稀释至标线,摇匀。移入塑料瓶中。此系列溶液铬的浓度分别为 0 μg/mL、0.1 μg/mL、0.25 μg/mL、0.5 μg/mL、1 μg/mL、2 μg/mL。

A.1.3 试样制备

样品粉碎研磨至可通过 75 μm 筛子,制备过程避免污染。含有机物的样品需 600 °C 灼烧 30 min 后研磨。

研磨后的试样储于称量瓶中,在 105 °C~110 °C 烘箱中干燥至恒重,置于干燥器中冷却至室温,备用。

A.1.4 试液制备

称取约 0.1 g 试样,精确至 0.1 mg,置于铂坩埚中。加入 3 mL 硝酸、2 mL 高氯酸和 5 mL 氢氟酸,置低温电炉上加热蒸发至开始逸出高氯酸白烟,冷却,加入 10 mL 盐酸和 10 mL 水,加热至盐类完全溶解,移入 100 mL 容量瓶中稀释至标线,摇匀。取 10.00 mL 至 100 mL 容量瓶中,加入 9 mL 盐酸,定容,作为待测液。

A.1.5 分析步骤

A.1.5.1 原子吸收(AAS)法

A.1.5.1.1 原理

试料用硝酸、高氯酸和氢氟酸分解制成溶液后,试液喷入富燃性空气-乙炔火焰中。在火焰的高温

下,形成铬基态原子,并对铬空心阴极灯发射的特征谱线 357.9 nm 产生选择性吸收。在选择的最佳测定条件下,测定铬的吸光度。

A.1.5.1.2 测定

仪器预热稳定后,用表 A.1 的仪器参数,先测定铬工作曲线系列溶液的吸光度,绘制工作曲线,再测定空白和试液的吸光度。按校正的吸光度与工作曲线系列溶液浓度的关系绘制工作曲线。从所测试液的吸光度中减去空白试液的吸光度,在工作曲线上查得所测试液的浓度。

表 A.1 测量总铬仪器条件

项 目	指 标
测定波长	357.9 nm
通带宽度	0.7 nm
火焰性质	还原性
次灵敏线	359.0 nm、360.5 nm、425.4 nm
燃烧器高度	8 mm

A.1.5.1.3 结果计算

总铬按式(A.1)计算:

$$w(\text{TCr}_2\text{O}_3) = \frac{cV}{m \times 10^5} \times 1.462 \times 100 \dots\dots\dots(\text{A.1})$$

式中:

- $w(\text{TCr}_2\text{O}_3)$ ——总铬(以三氧化二铬的质量分数计), %;
- c ——减去空白试验后的试液中铬的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- V ——试液的体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料的质量,单位为克(g);
- 1.462 ——铬换算成三氧化二铬的系数。

A.1.5.2 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP)法(仲裁法)

A.1.5.2.1 原理

试料用硝酸、高氯酸和氢氟酸分解制成溶液后,在电感耦合等离子体炬焰中激发,发射出所含元素的特征谱线,根据铬特征谱线的强度测定氧化铬的含量。

A.1.5.2.2 测定

仪器预热稳定后,用表 A.2 推荐的波长,先测定铬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 A.2 ICP 法测定铬的推荐波长

项 目	指 标
波长 1	267.716 nm
波长 2	205.552 nm

A.1.5.2.3 结果计算

按式(A.1)计算。

A.1.6 结果表示

取两次试验结果的算术平均值作为样品中总铬(TCr_2O_3)含量的测定值,结果保留至小数点后两位。

A.2 六价铬(Cr(VI))的测定

A.2.1 原理

用碱性萃取法萃取样品中的六价铬,调节萃取液的 pH 值,在酸性条件下加入二苯碳酰二肼溶液,六价铬 $[\text{Cr(VI)}]$ 与二苯碳酰二肼反应生成紫红色络合物,在波长 540 nm 处分光光度法测定六价铬 $[\text{Cr(VI)}]$ 含量。

A.2.2 试剂

除非另有说明,六价铬 $[\text{Cr(VI)}]$ 的测定使用下列分析纯试剂:

- a) 二苯碳酰二肼;
- b) 重铬酸钾,基准;
- c) 硫酸(1+9),优级纯;
- d) 硝酸:($\rho=1.42\text{ g/mL}$),优级纯;
- e) 无水碳酸钠;
- f) 氢氧化钠;
- g) 无水氯化镁;
- h) 磷酸氢二钾;
- i) 磷酸二氢钾($\text{KH}_2\text{PO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$);
- j) 丙酮;
- k) 磷酸盐缓冲液:称取 87.09 g 磷酸氢二钾和 68.04 g 磷酸二氢钾溶解于 700 mL 水,移至 1 L 的容量瓶中,稀释至刻度。该溶液含有 0.5 mol/L 磷酸氢二钾和 0.5 mol/L 磷酸二氢钾;
- l) 碱萃取液:称取 $20.0\text{ g}\pm 0.05\text{ g}$ NaOH 和 $30.0\text{ g}\pm 0.05\text{ g}$ Na_2CO_3 于塑料烧杯中,加水溶解,转移至 1 L 容量瓶中,定容,储存在 20 °C 至 25 °C 的密闭聚乙烯瓶中。有效期 1 个月,使用前检查碱萃取液的 pH 值,若 pH 值 <11.5 ,重新配置;
- m) 六价铬储备溶液:称取 $0.1411\text{ g}\pm 0.0001\text{ g}$ 于 120 °C 烘干至恒重的重铬酸钾溶于水,移入 1 L 容量瓶中,稀释至刻度。此溶液每毫升含 500 μg 六价铬 $[\text{Cr(VI)}]$;
- n) 六价铬标准溶液:移取 10 mL 六价铬储备溶液至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。此溶液每毫升含 5 μg 六价铬 $[\text{Cr(VI)}]$;
- o) 二苯碳酰二肼溶液:称取 0.250 g 二苯碳酰二肼溶于 50 mL 丙酮中。储存于棕色瓶中。

A.2.3 仪器

六价铬 $[\text{Cr(VI)}]$ 的测定使用以下仪器:

- a) 分析天平:精确至 0.1 mg;
- b) 加热搅拌装置:使萃取液稳定在 90 °C~95 °C,并配有聚四氟乙烯涂层的搅拌棒;

- c) pH计:精度±0.03 pH;
- d) 可见光分光光度计。

A.2.4 样品制备

同 A.1.3。

A.2.5 分析步骤

A.2.5.1 测定次数

对每个样品,进行两次平行试验。

A.2.5.2 标准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 和 5.00 mL 六价铬标准溶液于 50 mL 容量瓶中,加 2.0 mL 二苯碳酰二肼溶液,加水至约 45 mL,混匀。滴加硫酸溶液调节溶液 pH 值至 2±0.5,稀释至刻度,混匀,静置 5 min~10 min。在可见光分光光度计 540 nm 处,用 10 mm 吸收池,以 0.00 mL 六价铬标准溶液作为空白测定吸光度。按吸光度和标准溶液中六价铬的浓度绘制校准曲线。

A.2.5.3 试液制备

称取 0.1 g 试样,精确至 0.1 mg,于 200 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 0.40 g 氯化镁和 0.5 mL 磷酸盐缓冲溶液,再加入 50 mL 碱萃取液,充分摇匀,盖上表面皿。

持续搅拌下加热样品至 90 °C~95 °C,保温 3 h。持续搅拌下冷却至室温。用慢速定量滤纸过滤至 200 mL 聚四氟乙烯烧杯中,用水冲洗烧杯和滤纸。持续搅拌下往滤液中逐滴加入硝酸,调节溶液 pH 值至 7.5±0.5。此时如果溶液浑浊,有絮状析出,用慢速定量滤纸过滤至 100 mL 容量瓶,定容,备用。

A.2.5.4 测定

移取 10 mL 试液于 50 mL 容量瓶中,加水至约 45 mL,滴加硫酸溶液调节溶液 pH 值至 2±0.5,稀释至刻度,混匀,静置 5 min~10 min。在可见光分光光度计 540 nm 处,用 10 mm 吸收池,以 0.00 mL 六价铬标准溶液作为空白测定吸光度。由吸光度值根据校准曲线得到试液中的六价铬浓度。

A.2.6 结果计算

样品中六价铬按式(A.2)计算:

$$w[\text{Cr(VI)}] = \frac{\rho \times N \times V}{m \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(\text{A.2})$$

式中:

- $w[\text{Cr(VI)}]$ ——六价铬以铬计的质量分数, %;
- ρ ——测得萃取液中六价铬浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- N ——萃取液稀释倍数;
- V ——萃取液定容体积,单位为毫升(mL);
- m ——样品质量,单位为克(g)。

取两次试验结果的算术平均值作为样品中六价铬[Cr(VI)]含量的测定值,结果保留两位有效数字。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
绝热用硅酸铝棉及其制品
GB/T 16400—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

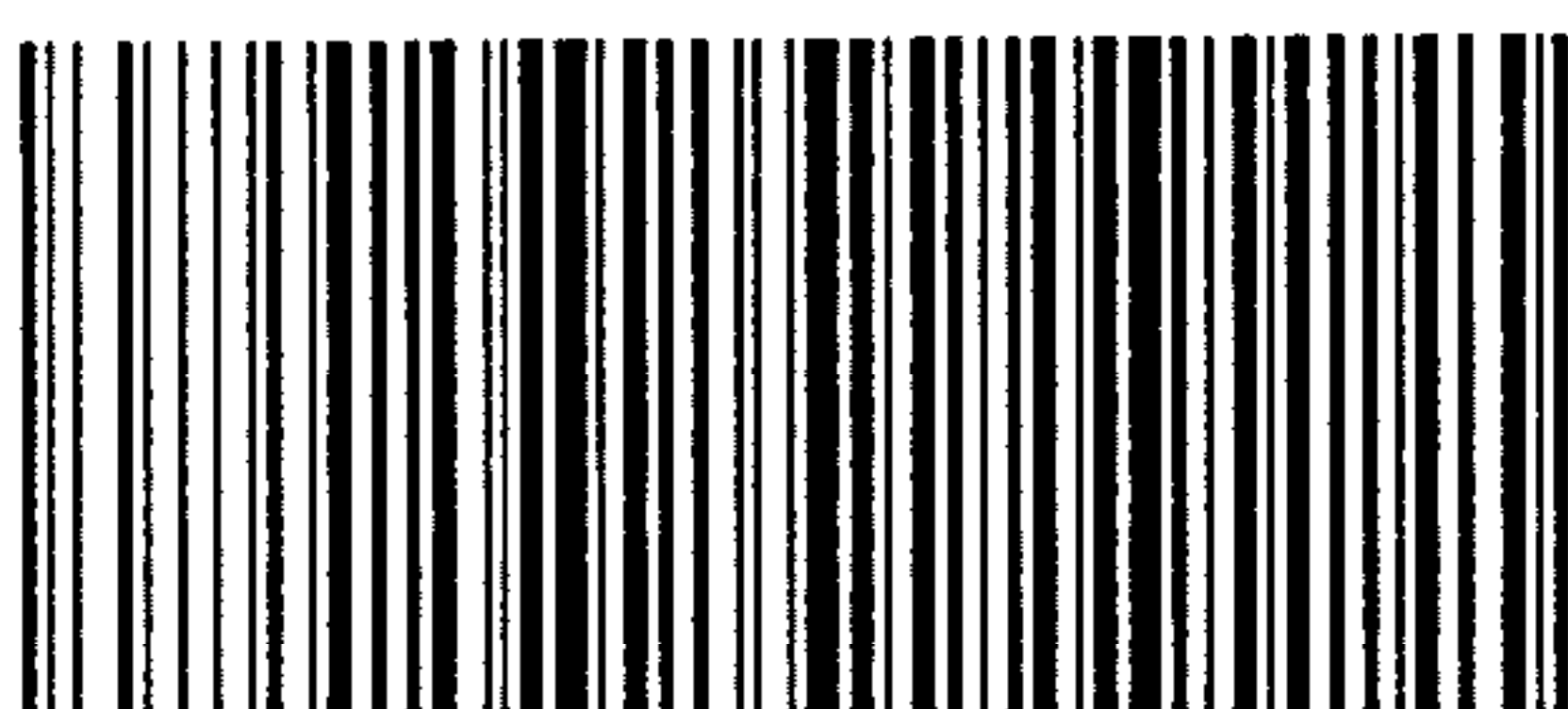
*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 32 千字
2016年4月第一版 2016年4月第一次印刷

*

书号: 155066·1-54287

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 16400-2015