

ICS 81.080
Q 43



中华人民共和国国家标准

GB/T 5069.2—2001
代替 GB/T 5069.2—1985

镁质及镁铝(铝镁)质耐火材料化学分析方法 钼蓝光度法测定二氧化硅量

Chemical analysis of magnesia and magnesia-alumina refractory materials—
Molybdenum blue photometric method for determination of silicon dioxide content

2001-12-07 发布

2002-05-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准对 GB/T 5069.2—1985《镁质耐火材料化学分析方法 钼蓝光度法测定二氧化硅量》进行了修订。

本次修订将镁质耐火材料化学分析方法修订为同时适用于镁质及镁铝(铝镁)质耐火材料的化学分析方法。

本次修订增加了“前言”和“范围”、“引用标准”各章，“允许差”中增加了标样允许差。

本次修订内容如下：

——因加与不加乙醇不影响方法的准确度，故将加入 10 mL 乙醇，改为加 10 mL 水。

——删去 0.5 cm 吸收皿工作曲线，以降低分析误差。

——将 1 cm 吸收皿工作曲线的最高浓度含 SiO_2 0.30 mg/100 mL 提高到 0.50 mg/100 mL，使 1 cm 吸收皿的工作曲线测定 $w(\text{SiO}_2)$ 的上限由 3.00% 提高到 5.00%。

——对于 $w(\text{SiO}_2) < 0.50\%$ 的试样其测定波长由 690 nm 改为 810 nm(最大吸收波长)，以提高方法的灵敏度，将 3 cm 吸收皿的工作曲线含 SiO_2 由 0.02~0.10 mg/100 mL 降至 0.01~0.05 mg/100 mL，使 $w(\text{SiO}_2)$ 的测定范围由 0.20%~1.00% 变为 0.050%~0.50%。

本标准在《镁质及镁铝(铝镁)质耐火材料化学分析方法》总标题下，共包括 13 个分标准：

重量法测定灼烧减量；

钼蓝光度法测定二氧化硅量；

重量-钼蓝光度法测定二氧化硅量；

邻二氮杂菲光度法测定氧化铁量；

火焰原子吸收光谱法测定氧化铁量；

铬天青 S 光度法测定氧化铝量；

EDTA 滴定法测定氧化铝量；

二安替比林甲烷光度法测定二氧化钛量；

过氧化氢光度法测定二氧化钛量；

火焰原子吸收光谱法测定氧化钙量；

络合滴定法测定氧化钙、氧化镁量；

火焰原子吸收光谱法测定氧化锰量；

火焰原子吸收光谱法测定氧化钾、氧化钠量。

本标准自实施之日起，代替 GB/T 5069.2—1985。

本标准由原国家冶金工业局提出。

本标准由全国耐火材料标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：洛阳耐火材料研究院。

本标准主要起草人：晏文慧、郭秋红。

本标准于 1985 年 4 月首次发布。

中华人民共和国国家标准

镁质及镁铝(铝镁)质耐火材料化学分析方法 钼蓝光度法测定二氧化硅量

GB/T 5069.2—2001

Chemical analysis of magnesia and magnesia-
alumina refractory materials—Molybdenum blue photometric
method for determination of silicon dioxide content

代替 GB/T 5069.2—1985

1 范围

本标准规定了钼蓝光度法测定二氧化硅量的方法。

本标准适用于镁质、镁铝(铝镁)质耐火原料及制品中二氧化硅量的测定,测定范围:0.10%~5.00%。

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为本标准的条文。本标准出版时,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—1987 散状矿产品的取样、制样通则

GB/T 5069.1—2001 镁质及镁铝(铝镁)质耐火材料化学分析方法 重量法测定灼烧减量

GB/T 8170—1987 数值修约规则

GB/T 10325—2001 定形耐火制品抽样验收规则

3 方法提要

试样用碳酸钠-硼酸混合熔剂熔融,稀盐酸浸取。在约 0.2 mol/L 盐酸介质中,单硅酸与钼酸铵形成硅钼杂多酸,加入乙二酸-硫酸混合酸。消除磷、砷的干扰,然后用硫酸亚铁铵将其还原为硅钼蓝,于分光光度计波长 810 nm 或 690 nm 处,测量其吸光度。

4 试剂

4.1 混合熔剂:取 2 份无水碳酸钠与 1 份硼酸研细,混匀。

4.2 盐酸(1+5)。

4.3 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶液(50 g/L),过滤后使用。

4.4 乙二酸-硫酸混合酸:取 15 g 乙二酸($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),溶于 250 mL 硫酸(1+8)中,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

4.5 硫酸亚铁铵溶液(40 g/L):取 4 g 硫酸亚铁铵 $[\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶于水中,加 5 mL 硫酸(1+1),用水稀释至 100 mL,混匀,过滤后使用,用时配制。

4.6 二氧化硅标准贮存溶液(含 SiO_2 0.5 mg/mL)。

称取 0.100 0 g 预先在 1 000℃灼烧 2 h 并冷至室温的二氧化硅(99.99%)于铂坩埚中,加 2~3 g 无水碳酸钠,盖上坩埚盖并稍留缝隙,置于 1 000℃高温炉中熔融 5~10 min,取出,冷却。置于盛有 100 mL