



中华人民共和国国家标准

GB/T 5070.3—2002
代替 GB/T 5070.3—1985

镁铬质耐火材料化学分析方法 第3部分：邻二氮杂菲光度法 测定氧化铁量

Chemical analysis of magnesia chromite refractories—
Part 3: Determination of iron oxide—
O-phenanthroline photometric method

2002-12-31 发布

2003-06-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
镁铬质耐火材料化学分析方法
第 3 部分:邻二氮杂菲光度法
测定氧化铁量

GB/T 5070.3—2002

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

<http://www.spc.net.cn>

电话:63787337、63787447

2005 年 8 月第一版 2005 年 12 月电子版制作

*

书号: 155066 · 1-23184

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

GB/T 5070《镁铬质耐火材料化学分析方法》分为以下几个部分：

- 第 1 部分：重量法测定灼烧减量；
- 第 2 部分：钼蓝光度法测定二氧化硅量；
- 第 3 部分：邻二氮杂菲光度法测定氧化铁量；
- 第 4 部分：EDTA 容量法测定氧化铝量；
- 第 5 部分：二安替比林甲烷光度法测定二氧化钛量；
- 第 6 部分：EGTA 容量法测定氧化钙量；
- 第 7 部分：EDTA 容量法测定氧化钙量；
- 第 8 部分：CyDTA 容量法测定氧化镁量；
- 第 9 部分：EDTA 容量法测定氧化镁量；
- 第 10 部分：硫酸亚铁铵容量法测定三氧化二铬量；
- 第 11 部分：火焰原子吸收光谱法测定氧化锰量；
- 第 12 部分：火焰原子吸收光谱法测定氧化钾、氧化钠量。

本部分为 GB/T 5070 的第 3 部分。

本部分代替 GB/T 5070.3—1985《镁铬质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》。

本部分与 GB/T 5070.3—1985 相比主要变化如下：

- 增加了“前言”、“规范性引用文件”、“质量保证和控制”、“试验报告”；
- 对试样制备作了详细规定，增加了可操作性；
- 增加了对分析值修约位数的规定，并允许采用其他规定；
- 按 GB/T 1.1—2000《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写规则》和 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第 4 部分：化学分析方法》的规定对结构和格式进行了调整。

本部分的附录 A 是规范性附录。

本部分由原国家冶金工业局提出。

本部分由全国耐火材料标准化技术委员会(CSBTS/TC 193)归口。

本部分起草单位：洛阳耐火材料研究院。

本部分主要起草人：郭秋红、梁献雷、宋玉琴。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 5070.3—1985 年首次发布。

镁铬质耐火材料化学分析方法

第 3 部分:邻二氮杂菲光度法测定氧化铁量

1 范围

GB/T 5070 的本部分规定了邻二氮杂菲光度法测定氧化铁量的方法。

本部分适用于镁铬质耐火材料中氧化铁量的测定,测定范围(质量分数)为 1.00%~10.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 5070 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 5070.1—2002 镁铬质耐火材料化学分析方法 第 1 部分:重量法测定灼烧减量

GB/T 8170 数值修约规则

GB/T 10325 变形耐火制品抽样验收规则

GB/T 12805 实验室玻璃仪器 滴定管

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

GB/T 17617 耐火原料和不定形耐火材料 取样

3 原理

试样用碳酸钠-硼酸混合熔剂熔融,稀硫酸浸取,经 717 强碱性阴离子交换树脂静态交换,铬(VI)以 $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 形式吸附于树脂上,过滤后被分离。用盐酸羟胺将 Fe(III)还原为 Fe(II),在弱酸性溶液中,Fe(II)与邻二氮杂菲形成橙红色络合物,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。

4 试剂

4.1 混合熔剂:取 2 份无水碳酸钠与 1 份硼酸研细,混匀。

4.2 717 强碱性阴离子交换树脂:先将干树脂用水反复浸泡倾洗,再用水浸泡过夜。用盐酸(0.5 mol/L~1 mol/L)浸泡 3 次,每次 1 h~2 h,再用水反复倾洗,过滤,最后用水洗至无氯离子,备用。

4.3 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。

4.4 邻二氮杂菲($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)溶液(10 g/L):用乙醇(1+1)配制。

4.5 乙酸铵溶液(200 g/L)。

4.6 硫酸(1+1)。

4.7 硫酸(0.5+99.5)。

4.8 氧化铁标准溶液(含 Fe_2O_3 1 mg/mL):

称取 1.000 0 g 预先在 105℃~110℃烘 2 h 并于干燥器中冷却至室温的氧化铁(99.99%),置于烧杯中,用少许水湿润,加入 40 mL 盐酸(1+1),低温加热溶解至溶液清亮,冷至室温,移入 1 000 mL 容量瓶(5.4)中,用水稀释至刻度,摇匀。