

ICS 81.080
Q 41



中华人民共和国国家标准

GB/T 6900—2006
代替 GB/T 6900—1986(所有部分), GB/T 14351—1993

GB/T 6900—2006

铝硅系耐火材料化学分析方法

Chemical analysis of alumina-silica refractories

中华人民共和国
国家标准
铝硅系耐火材料化学分析方法
GB/T 6900—2006

*

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

网址 www.bzcb.com

电话:68523946 68517548

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 2.25 字数 59 千字

2007年2月第一版 2007年2月第一次印刷

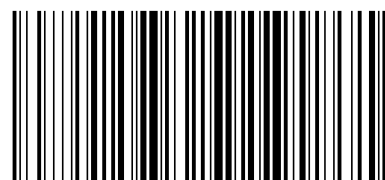
*

书号:155066·1-27658 定价 17.00 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)68533533



GB/T 6900—2006

2006-09-30 发布

2007-02-01 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

8.00 mL五氧化二磷标准溶液(16.2.11),分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加 5 mL 盐酸(16.2.8),用水稀释至 20 mL,加 5 mL 抗坏血酸-盐酸羟胺-硝酸铋混合溶液(16.2.2),5 mL 钼酸铵-酒石酸钾钠混合溶液(16.2.3),用水稀释至刻度,摇匀,放置 20 min~30 min。用 10 mm 吸收皿于分光光度计波长 740 nm或 700 nm 处,以试剂空白为参比测量其吸光度,绘制工作曲线。

16.5 分析结果的计算

五氧化二磷量用质量分数 $w(\text{P}_2\text{O}_5)$ 计,数值以%表示,按式(22)计算:

$$w(\text{P}_2\text{O}_5) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{mV_1/V} \times 100 \dots\dots\dots (22)$$

式中:

m_1 ——由工作曲线查得分取试液中的五氧化二磷的质量的数值,单位为微克(μg);

V_1 ——分取试液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——试液总体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 仪器和设备	2
4 试样制备	2
5 通则	2
6 试验报告	3
7 灼烧减量的测定	3
8 二氧化硅的测定	4
9 氧化铝的测定	8
10 氧化铁的测定	14
11 二氧化钛的测定	15
12 氧化钙的测定	18
13 氧化镁的测定	21
14 氧化钾和氧化钠的测定	22
15 氧化锰的测定	25
16 五氧化二磷的测定	26
附录 A (规范性附录) 验收分析值程序	29

摇匀。

15.3 试料量

称取约 0.10 g 试料,精确至 0.1 mg。

15.4 测定

15.4.1 将试料置于铂皿中(若无铂皿,也可用聚四氟乙烯烧杯),用少量水湿润,加入 10 mL 氢氟酸(15.2.2)、3 mL 高氯酸(15.2.3),加热分解至冒尽高氯酸白烟,取下,稍冷,用水冲洗铂皿壁,加入 2 mL 高氯酸(15.2.3),继续加热至冒尽高氯酸白烟,取下,冷却,用水冲洗铂皿壁。

15.4.2 加入 4 mL 盐酸(15.2.4)、10 mL 水,低温加热至盐类溶解,能完全溶解的试样冷却后可直接移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀后按 15.4.6 进行。

15.4.3 不能完全溶解的试样,用慢速定量滤纸过滤,滤液用 100 mL 容量瓶承接,用热水洗涤铂皿及滤纸 3~4 次(此为主液)。

15.4.4 将沉淀连同滤纸置于铂坩埚中干燥,灰化后,加 1 g 混合熔剂(15.2.1)仔细混匀,置于高温炉中于 1 000℃ 熔融 5 min~15 min(空白熔融 5 min),取出,旋转坩埚,使熔融物均匀附着于坩埚内壁,冷却。

15.4.5 向铂坩埚中分次加入 4 mL 盐酸(15.2.4),少量水,加热浸取熔融物,将溶液并入主液(15.4.3)中,用水稀释至刻度,摇匀。

15.4.6 用空气-乙炔火焰,以水调零,于火焰原子吸收光谱仪波长 279.5 nm 处,测量试样溶液(15.4.2 或 15.4.5)的吸光度。从标准曲线(15.5)上查出相应的氧化锰量。

15.5 标准曲线的绘制

用滴定管移取 0、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 氧化锰标准溶液(15.2.8),置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 盐酸(15.2.4)、10 mL 混合熔剂-盐酸溶液(15.2.5),3 mL 二氧化钛标准溶液(15.2.6),用水稀释至刻度,摇匀。按 15.4.6 测量其吸光度。以氧化锰浓度为横坐标,吸光度(减去零浓度溶液的吸光度)为纵坐标,绘制标准曲线。

15.6 分析结果的计算

氧化锰量用质量分数 $w(\text{MnO})$ 计,数值以 % 表示,按式(21)计算:

$$w(\text{MnO}) = \frac{(c_1 - c_0)V \times 10^{-6}}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(21)$$

式中:

c_1 ——自标准曲线上查得的试液中的氧化锰的浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

c_0 ——自标准曲线上查得的空白溶液中的氧化锰浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——被测试液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m_1 ——分取试料的质量的数值,单位为克(g)。

16 五氧化二磷的测定

16.1 原理

试样用盐酸-氢氟酸分解,以高氯酸赶硅、氟,再用混合熔剂熔融分解不溶物,盐酸浸取。加抗坏血酸、盐酸羟胺及铋盐混合溶液,再加钼酸铵与酒石酸钾钠混合溶液显色,于分光光度计波长 740 nm 或 700 nm 处测量其吸光度。

16.2 试剂

16.2.1 混合熔剂:1.5 份无水碳酸钠,1.5 份无水碳酸钾与 0.7 份硼酸混匀研细,贮于磨口瓶中。

16.2.2 抗坏血酸-盐酸羟胺-硝酸铋混合溶液:称取 2 g 硝酸铋 $[\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}]$ 溶在 20 mL 盐酸(1+1)中。另称取 25 g 抗坏血酸和 25 g 盐酸羟胺溶在 480 mL 盐酸(1+47)中。将上述两种溶液合并,混匀。

前 言

本标准代替 GB/T 6900.1~6900.11—1986 和 GB/T 14351—1993。

本标准与原标准相比主要变化如下:

——增加了前言、规范性引用文件、质量保证和控制、试验报告各章;

——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;

——二氧化硅的测定增加了解聚钼蓝光度法,同时将原标准中的盐酸干涸重量-钼蓝光度法修订为凝聚重量-钼蓝光度法;

——氧化铝的测定增加了氟盐置换 EDTA 容量法,并将原标准中的 EDTA 容量法修订为乙酸锌返滴定 EDTA 容量法,以适应不同类型的试样;

——氧化锰的测定改用火焰原子吸收光谱法,废除了过硫酸铵光度法;

——扩展了分析方法的测定范围;

——修改了分析方法的允许差。

本标准的附录 A 是规范性附录。

本标准由全国耐火材料标准化技术委员会(SAC/TC193)提出并归口。

本标准起草单位:洛阳耐火材料研究院、中国建筑材料科学研究院、抚顺市北方耐火厂、河南省新密市高炉砌筑耐火材料厂。

本标准主要起草人:郭红丽、刘秋华、曹海洁、季金玉、胡家全、魏发灿、刘慧军。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 6900.1~6900.11—1986;

——GB/T 14351—1993。