

## 前 言

GB/T 6901《硅质耐火材料化学分析方法》分为以下 11 个部分：

- 第 1 部分：重量法测定灼烧减量；
- 第 2 部分：重量-钼蓝光度法测定二氧化硅量；
- 第 3 部分：氢氟酸重量法测定二氧化硅量；
- 第 4 部分：邻二氮杂菲光度法测定氧化铁量；
- 第 5 部分：铬天青 S 光度法测定氧化铝量；
- 第 6 部分：EDTA 容量法测定氧化铝量；
- 第 7 部分：二安替比林甲烷光度法测定二氧化钛量；
- 第 8 部分：火焰原子吸收光谱法测定氧化钙、氧化镁量；
- 第 9 部分：火焰原子吸收光谱法测定氧化钾、氧化钠量；
- 第 10 部分：火焰原子吸收光谱法测定氧化锰量；
- 第 11 部分：钼蓝光度法测定五氧化二磷量。

本部分为 GB/T 6901 的第 4 部分。

本部分代替 GB/T 6901.4—1986《硅质耐火材料化学分析方法 邻二氮杂菲光度法测定氧化铁量》。

本部分与 GB/T 6901.4—1986 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；
- 将“测量范围(质量分数)为 0.050%~2.00%”扩展为“测量范围(质量分数)为 0.050%~5.00%”；
- 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。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国耐火材料标准化技术委员会(SAC/TC 193)归口。

本部分起草单位：洛阳耐火材料研究院、山西省西小坪耐火材料有限公司。

本部分主要起草人：梁献雷、郭秋红、晏文慧、张慧荣。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6901.4—1986 年首次发布。

## 硅质耐火材料化学分析方法

### 第 4 部分：邻二氮杂菲光度法测定氧化铁量

#### 1 范围

本部分规定了邻二氮杂菲光度法测定氧化铁量的方法。

本部分适用于硅质耐火材料中氧化铁量的测定，测定范围(质量分数)为 0.050%~5.00%。

#### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 6901 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注明日期的引用文件，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。凡是不注明日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 6901.1—2004 硅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 定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

试样用硫酸-氢氟酸挥发除去硅后，残渣用混合熔剂熔融，盐酸浸取。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 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。
- 4.3 邻二氮杂菲( $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$ )溶液(10 g/L)：用乙醇(1+1)配制。
- 4.4 乙酸铵溶液(200 g/L)。
- 4.5 氢氟酸(40%)。
- 4.6 硫酸(1+1)。
- 4.7 盐酸(1+1)。
- 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，用少许水润湿，加入 40 mL 盐酸(4.7)，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。

- 4.9 氧化铁标准溶液(含  $Fe_2O_3$  0.1 mg/mL)

用移液管(5.2)移取 50 mL 氧化铁标准溶液(4.8)，置于 500 mL 容量瓶(5.4)中，用水稀释至刻度，摇匀。