



中华人民共和国国家标准

GB/T 6901.11—2004
代替 GB/T 6901.11—1986

硅质耐火材料化学分析方法 第 11 部分：钼蓝光度法 测定五氧化二磷量

Chemical analysis of silica refractories—
Part 11: Determination of phosphorus pentoxide—Molybdenum blue
photometric method

2004-01-19 发布

2004-07-01 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

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 11 部分。

本部分代替 GB/T 6901.11—1986《硅质耐火材料化学分析方法 钼蓝光度法测定五氧化二磷量》。

本部分与 GB/T 6901.11—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；
- 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、鞍山冶金地质勘探公司。

本部分主要起草人：梁献雷、郭秋红、张慧荣、王毓岳。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6901.11—1986 年首次发布。

硅质耐火材料化学分析方法 第 11 部分:钼蓝光度法 测定五氧化二磷量

1 范围

本部分规定了钼蓝光度法测定五氧化二磷量的方法。

本部分适用于硅质耐火材料中五氧化二磷量的测定,测定范围(质量分数)为 0.005%~0.10%。

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 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

试样用盐酸-氢氟酸挥散除硅后,以高氯酸赶氟,再用焦硫酸钾熔融分解不溶物,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 处测量其吸光度。

4 试剂

4.1 焦硫酸钾。

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

4.3 钼酸铵-酒石酸钾钠混合溶液:称取 10 g 钼酸铵、25 g 酒石酸钾钠溶于 500 mL 水中,混匀。

4.4 氢氟酸(40%)。

4.5 高氯酸(70%)。

4.6 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。

4.7 盐酸(1+9)。

4.8 盐酸(4+96)。

4.9 五氧化二磷标准溶液(含 P_2O_5 0.1 mg/mL):称取 0.191 8 g 预先在 105℃~110℃烘 2 h 并于干燥器中冷却至室温的磷酸二氢钾(99.99%),置于烧杯中,加水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶(5.4)中,用水稀释至刻度,摇匀。