



中华人民共和国国家标准

GB 6900.11—86

粘土、高铝质耐火材料化学分析方法 钼蓝光度法测定五氧化二磷量

Fireclay and high-alumina refractories
—Determination phosphorous pentoxide
content—Molybdenum blue photometric method

1986-09-16 发布

1987-09-01 实施

国 家 标 准 局 发 布

粘土、高铝质耐火材料化学分析方法
钼蓝光度法测定五氧化二磷量

UDC 666.76:543
.06

GB 6900.11—86

Fireclay and high-alumina refractories
—Determination phosphorous pentoxide
content—Molybdenum blue photometric method

本标准适用于粘土、高铝质耐火材料中五氧化二磷量的测定。

测定范围：0.050~0.25%。

本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法的总则及一般规定》。

1 方法提要

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进行显色，于分光光度计波长740或700 nm处，测量其吸光度。

2 试剂

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。

2.2 盐酸 ($\rho=1.19\text{g/ml}$)。

2.3 盐酸 (1 + 1)。

2.4 盐酸 (4 + 96)。

2.5 氢氟酸 (40%)。

2.6 高氯酸 (70%)。

2.7 氢氧化钾溶液 (30%)。

2.8 对硝基苯酸溶液 (1%)：用乙醇配制。

2.9 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抗坏血酸与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。

2.10 钼酸铵-酒石酸钾钠混合溶液：称取10 g钼酸铵与20 g酒石酸钾钠，溶于500 ml水中。

2.11 五氧化二磷标准贮存溶液：称取0.1918 g预先在105~110℃烘干1 h的磷酸二氢钾 (基准试剂) 于烧杯中，加水溶解，移入1000 ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含100.0 μg 五氧化二磷。

2.12 五氧化二磷标准溶液：移取100.00 ml五氧化二磷标准贮存溶液 (2.11) 置于1000 ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含10.0 μg 五氧化二磷。

3 仪器

分光光度计