



中华人民共和国国家标准

GB/T 5069.11—2001
代替 GB/T 5069.8—1985
GB/T 5069.9—1985

镁质及镁铝(铝镁)质耐火材料化学分析方法 络合滴定法测定氧化钙、氧化镁量

Chemical analysis of magnesia and magnesia-alumina refractory materials—
Complexometric titration method for determination of calcium oxide
and magnesium oxide content

2001-12-07 发布

2002-05-01 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
镁质及镁铝(铝镁)质耐火材料化学分析方法
络合滴定法测定氧化钙、氧化镁量

GB/T 5069.11—2001

*

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1月第一版 2005年6月电子版制作

*

书号:155066·1-21964

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

本标准对 GB/T 5069.8—1985《镁质耐火材料化学分析方法 EGTA 容量法测定氧化钙量》和 GB/T 5069.9—1985《镁质耐火材料化学分析方法 CyDTA 容量法测定氧化镁量》进行了修订。

本次修订将镁质耐火材料化学分析方法修改为同时适用于镁质及镁铝(铝镁)质耐火材料的化学分析方法。

本次修订增加了“前言”和“范围”、“引用标准”各章,“允许差”中增加了标样允许差。

本次修订将 GB/T 5069.8—1985 和 GB/T 5069.9—1985 合并为一个标准,分两篇叙述,第一篇为新制定的 EDTA 滴定法,第二篇为修订的 EGTA、CyDTA 滴定法。

本次制修订内容如下:

——CaO 测定上限不加限定,以满足部分 CaO 的质量分数大于 15% 的镁钙制品的测定。

——考虑到镁铝(铝镁)质试样氧化镁的质量分数可低至 3% 左右,为了扩大适用范围将检测下限由 30% 降至 2%,与粘土、高铝质氧化镁的检测上限相衔接。

——分离方法:第二篇保留原标准六次甲基四胺二次分离,将试样量由 0.5 g 改为 0.2 g,便于过滤洗涤。第一篇则用 0.1 g 试样于氯化铵存在下用氨水一次分离,使方法更简便适用。

——分析方法增订了应用较广泛的钙指示剂指示 EDTA 滴定法,与钙黄绿素指示 EGTA 滴定法并列测定 CaO,同时增订了铬黑 T 指示 EDTA 滴定法与原有的 K-B 指示剂指示 CyDTA 滴定法并列测定 MgO,以供选择使用。

——GB/T 5069.9—1985 CyDTA 标准溶液浓度偏大,本次修订将 $c(\text{CyDTA})=0.05 \text{ mol/L}$ 改为 $c(\text{CyDTA})=0.025 \text{ mol/L}; 0.01 \text{ mol/L}$ 二种浓度,对于氧化镁的质量分数小于 30% 的试样,采用 $c=0.01 \text{ mol/L}$ 的 EDTA 标准溶液或 CyDTA 标准溶液进行滴定,以减少滴定误差。

本标准在《镁质及镁铝(铝镁)质耐火材料化学分析方法》总标题下,共包括 13 个分标准:

重量法测定灼烧减量;

钼蓝光度法测定二氧化硅量;

重量-钼蓝光度法测定二氧化硅量;

邻二氮杂菲光度法测定氧化铁量;

火焰原子吸收光谱法测定氧化铁量;

铬天青 S 光度法测定氧化铝量;

EDTA 滴定法测定氧化铝量;

二安替比林甲烷光度法测定二氧化钛量;

过氧化氢光度法测定二氧化钛量;

火焰原子吸收光谱法测定氧化钙量;

络合滴定法测定氧化钙、氧化镁量;

火焰原子吸收光谱法测定氧化锰量;

火焰原子吸收光谱法测定氧化钾、氧化钠量。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 5069.8—1985;GB/T 5069.9—1985。

本标准由原国家冶金工业局提出。

GB/T 5069.11—2001

本标准由全国耐火材料标准化技术委员会归口。
本标准起草单位：洛阳耐火材料研究院、东北地质公司。
本标准主要起草人：晏文慧、郭秋红、王毓岳。
本标准第二篇于 1985 年 4 月首次发布。

中华人民共和国国家标准

镁质及镁铝(铝镁)质耐火材料化学分析方法

GB/T 5069.11—2001

络合滴定法测定氧化钙、氧化镁量

代替 GB/T 5069.8—1985
GB/T 5069.9—1985

Chemical analysis of magnesia and magnesia-alumina
refractory materials—Complexometric titration method
for determination of calcium oxide and magnesium oxide content

1 范围

本标准规定了 EDTA 络合滴定法测定氧化钙量、氧化镁量和 EGTA 络合滴定法测定氧化钙量、CyDTA 络合滴定法测定氧化镁量的方法。

本标准适用于镁质、镁铝(铝镁)质耐火原料及制品中氧化钙量和氧化镁量的测定,测定范围:氧化钙的质量分数 $>1.00\%$,氧化镁的质量分数 $>2.00\%$ 。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2007—1987 散状矿产品的取样、制样通则

GB/T 5069.1—2001 镁质及镁铝(铝镁)质耐火材料化学分析方法 重量法测定灼烧减量

GB/T 8170—1987 数值修约规则

GB/T 10325—2001 定形耐火制品抽样验收规则

第一篇 EDTA 络合滴定法

3 方法提要

试样用碳酸钠-硼酸混合熔剂熔融,盐酸浸取,用氨水分离铁、铝、钛等,取部分滤液,用三乙醇胺掩蔽干扰,加氢氧化钠使试液 $\text{pH}\approx 13$,以钙指示剂指示,用 EDTA 标准溶液滴定氧化钙量,另取部分滤液用三乙醇胺掩蔽干扰,加氨性缓冲溶液($\text{pH}=10$),以铬黑 T 指示,用 EDTA 标准溶液滴定氧化钙、氧化镁含量。

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(1+1)。

4.3 氢氧化钠溶液(200 g/L)。

4.4 氨水(1+1)。

4.5 氯化铵饱和溶液:称取 40 g 氯化铵,溶于 100 mL 水中,混匀。

4.6 甲基红溶液(1 g/L):称取 0.1 g 甲基红溶于 60 mL 乙醇中,加水至 100 mL,混匀。