



中华人民共和国国家标准

GB/T 34332—2017

菱镁矿和白云石耐火制品化学分析方法

Chemical analysis of magnesite and dolomite refractory products

[ISO 10058-1:2008, Chemical analysis of magnesite and dolomite refractory products (alternative to the X-ray fluorescence method)—
Part 1: Apparatus, reagents, dissolution and determination of gravimetric silica; ISO 10058-2:2008, Chemical analysis of magnesite and dolomite refractory products (alternative to the X-ray fluorescence method)
Part 2: Wet chemical analysis; ISO 10058-3:2008, Chemical analysis of magnesite and dolomite refractory products (alternative to the X-ray fluorescence method)—Part 3: Flame atomic absorption spectrophotometry (FAAS) and inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES), MOD]

2017-10-14 发布

2018-09-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 10058-1:2008《菱镁矿和白云石耐火制品化学分析方法(可代替 X 射线荧光光谱法) 第 1 部分:仪器、试剂、溶样方法和重量法测定二氧化硅》、ISO 10058-2:2008《菱镁矿和白云石耐火制品化学分析方法(可代替 X 射线荧光光谱法) 第 2 部分:湿法化学分析》和 ISO 10058-3:2008《菱镁矿和白云石耐火制品化学分析方法(可代替 X 射线荧光光谱法) 第 3 部分:火焰原子吸收分光光度法(FAAS)和电感耦合等离子发射光谱法(ICP-AES)》。

本标准与 ISO 10058-1:2008、ISO 10058-2:2008 和 ISO 10058-3:2008 相比在结构上有较多调整,附录 B 中列出了本标准与 ISO 10058-1:2008、ISO 10058-2:2008 和 ISO 10058-3:2008 的章节编号对照一览表。

本标准与 ISO 10058-1:2008、ISO 10058-2:2008 和 ISO 10058-3:2008 相比存在技术性差异,附录 C 中列出了本标准与 ISO 10058-1:2008、ISO 10058-2:2008 和 ISO 10058-3:2008 的技术性差异及其原因一览表。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由全国耐火材料标准化技术委员会(SAC/TC 193)提出并归口。

本标准起草单位:中冶建筑研究总院有限公司、中国科学院大连化学物理研究所、安徽马钢耐火材料有限公司、北京通达耐火技术股份有限公司。

本标准主要起草人:杨竞、张秀华、田志宏、张巍、郁书中、冯立新、马磊、刁德胜、周晓伟、高倩钰、徐晓云、贾德华、刘军、刘响、田晶晶。

菱镁矿和白云石耐火制品化学分析方法

1 范围

本标准规定了菱镁矿和白云石原料及其耐火制品的化学分析方法,包括仪器、试剂、试样的分解、分析用溶液的配制、湿法化学分析、原子吸收分光光度法和电感耦合等离子体发射光谱法。

本标准适用于菱镁矿和白云石原料及其耐火制品的化学分析。

适用的分析项目的测定范围见表1。

表1 测定范围

分析项目	含量范围/%	分析项目	含量范围/%
SiO ₂	0.1~10	MgO	20~99.9
Al ₂ O ₃	0.05~10	Na ₂ O	0.01~1
Fe ₂ O ₃	0.01~10	K ₂ O	0.01~1
TiO ₂	0.01~1	Cr ₂ O ₃	0.01~3
MnO	0.01~1	ZrO ₂	0.01~3
CaO	0.01~60	P ₂ O ₅	0.01~5
LOI	0.01~60		
以上数值为将烧失量计算在内的数值。			

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602 2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备(GB/T 603 2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 32179 耐火材料化学分析 湿法、原子吸收光谱法(AAS)和电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)的一般要求(GB/T 32179—2015,ISO 26845:2008,MOD)

ISO 6353-2 化学分析试剂 第2部分:规范 第一系列(Reagents for chemical analysis—Part 2: Specifications First series)

ISO 6353-3 化学分析试剂 第3部分:规范 第二系列(Reagents for chemical analysis—Part 3: Specifications—Second series)

3 通则

3.1 测定次数

在重复性条件下测定 2 次。

3.2 空白试验

在重复性条件下做空白试验。

3.3 结果表述

所得结果应按 GB/T 8170 修约,保留两位小数;当含量 $<0.10\%$ 时结果保留两位有效数字;如果委托方供货合同或有关标准另有要求时,可按要求的位数修约。

3.4 分析结果的采用

当所得试样的两个有效分析值之差不大于表 2 所规定的允许差时,以其算术平均值作为最终分析结果;否则,应按附录 A 的规定进行追加分析和数据处理。

表 2 分析值的允许差

质量分数 %	分析项目												
	LOI	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	MnO	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	Cr ₂ O ₃	ZrO ₂	P ₂ O ₅
≤0.1	0.05	0.02	0.02	0.02	0.01	0.01	0.02	—	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02
>0.1~≤0.2	0.05	0.05	0.05	0.05	0.03	0.03	0.05		0.05	0.05	0.03	0.03	0.03
>0.2~≤0.5	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	—	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
>0.5~≤1	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10		0.10	0.10	0.10	0.10	0.10
>1~≤2	0.20	0.20	0.20	0.20	—	—	0.20	—	—	—	0.20	0.20	0.20
>2~≤3	0.20	0.20	0.20	0.20			0.20				0.20	0.20	0.20
>3~≤5	0.20	0.20	0.20	0.20			0.20						0.20
>5~≤10	0.30	0.30	0.30	0.30	—	—	0.40	—	—	—	—	—	—
>10~≤20	0.30						0.40						
>20~≤30	0.30						0.40	0.40					
>30~≤60	0.40						0.60	0.60					
>60								0.70					

对于微量成分,当分析值的平均值小于允许差的 2 倍时,其允许差为该分析值的 1/2。

3.5 质量保证和控制

3.5.1 标准曲线应定期(不超过 3 个月)用标准物质校准一次。如果仪器维修或更换部件(如灯泡等),应重新绘制标准曲线,并用同类型标准物质校准。当标准物质的分析值与标准值之差大于表 2 所规定允许差的 0.7 倍时,应重新绘制标准曲线。

3.5.2 一般情况下,标准滴定溶液的浓度应每 2 个月重新标定一次;如果 2 个月内温度变化超过 10 °C

时,应及时标定一次。重新标定后,应用标准物质进行验证,当标准物质的分析值与标准值之差不大于表 2 所规定允许差的 0.7 倍时,则标定结果有效,否则无效。

3.5.3 仲裁试验时,应随同试样分析同类型标准物质。当标准物质的分析值与标准值之差不大于表 2 所规定允许差的 0.7 倍时,则试样分析值有效,否则无效。

4 仪器

实验所使用的仪器按照 GB/T 32179 规定。

5 试剂

5.1 总则

在分析过程中,除非特别注明,均使用分析纯试剂、满足 GB/T 6682 规定的三级以上的蒸馏水或与之同等纯度的水。

试剂配制和要求应按照 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603、ISO 6353-2、ISO 6353-3、GB/T 32179 或以下条款规定,试剂的特殊要求会在相应的条款中列出,适宜的商业化标准溶液也可使用。

5.2 标准滴定溶液

5.2.1 CyDTA 标准滴定溶液($c=0.01 \text{ mol/L}$)

称取 3.64 g 的 CyDTA 到烧杯中,然后加入大约 150 mL 的水,搅拌后加入 8 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L),低温加热至溶解,冷却后,用水稀释至 1 000 mL。用锌标准溶液($c=0.01 \text{ mol/L}$)标定此溶液(标定方法按 5.2.3,用 CyDTA 标准滴定溶液代替 EDTA 标准滴定溶液)。

5.2.2 Zn 标准滴定溶液($c=0.01 \text{ mol/L}$)

用盐酸(1|3)清洗锌(纯度大于 99.9%)表面,溶解表面氧化层,再依次用水、酒精、乙醚进行清洗,然后置于干燥器中。称取 0.653 8 g 的锌(精确至 0.000 1 g)到 300 mL 的烧杯中,缓慢加入 20 mL 的水和 5 mL 的硝酸,盖上玻璃皿,在蒸汽浴上加热至溶解。冷却后,倒入容量瓶中,用水稀释至 1 000 mL。锌溶液的浓度用式(1)计算:

$$c(\text{Zn}) = \frac{m \times A}{M \times V} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m 锌的质量,单位为克(g);

A 锌的纯度,以质量分数(%)表示;

M ——锌的摩尔质量($M=65.38$),单位为克每摩尔(g/mol);

V ——溶液的定容体积,单位为升(L)。

5.2.3 EDTA 标准滴定溶液 ($c=0.02 \text{ mol/L}$)

将 7.44 g 乙二胺四乙酸二钠溶解至 1 L 水中,储存在塑料瓶中。用移液管移取 50 mL 0.01 mol/L 锌溶液(5.2.2)至 300 mL 的烧杯中,加入 50 mL 的水,滴加氢氧化钠溶液($c=100 \text{ g/L}$),调节混合溶液 pH 值至 6~8,然后加入 2 mL pH=10 的氨-氯化铵缓冲溶液,再加入 3~4 滴铬黑 T 溶液作为指示剂,边滴加边搅拌,然后用 0.02 mol/L 的 EDTA 标准滴定溶液滴定。观察并记录滴定终点,当溶液从紫色转变为蓝色即为滴定终点,消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积记为 V_1 ,同时做空白试验,消耗 EDTA

标准滴定溶液的体积记为 V_0 。

计算 0.02 mol/L 的标准 EDTA 滴定溶液的浓度,用式(2)计算:

$$c(\text{EDTA}) = \frac{c(\text{Zn}) \times V}{V_1 - V_0} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$c(\text{Zn})$ ——锌标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——移取锌标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_1 滴定试样所消耗的 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白所消耗的 EDTA 标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL)。

5.3 标准溶液

5.3.1 Al_2O_3 标准溶液(1 mg/mL)

称取 0.6 g~0.7 g 金属铝(纯度大于 99.9%),用砂纸打磨金属铝表面,以除去表面氧化层。然后依次用水、酒精、乙醚清洗后,放置干燥器中干燥。准确称取 0.529 2 g 的金属铝至 250 mL 的烧杯中,然后加入 20 mL 盐酸(1-1),盖上表面皿,加热并溶解。冷却后,转移至容量瓶中,用水稀释至 1 000 mL。

5.3.2 CaO 标准溶液(1 mg/mL)

准确称取 1.785 0 g 预先在 105 °C~110 °C 下烘干 2 h 并于干燥器中冷却至室温的碳酸钙,置于 250 mL 的烧杯中,用稀盐酸(1+4)溶解,盖上表面皿。煮沸以排出二氧化碳。冷却,转移至容量瓶中,用水稀释至 1 000 mL。

5.3.3 Cr_2O_3 标准溶液(1 mg/mL)

准确称取 1.935 5 g 预先在 105 °C~110 °C 下烘干 2 h 并于干燥器中冷却至室温的重铬酸钾,用水溶解后转移至容量瓶中,用水稀释至 1 000 mL。

5.3.4 稀释的 Cr_2O_3 标准溶液(0.025 mg/mL)

用移液管移取 25 mL 的 Cr_2O_3 标准溶液(1 mg/mL)移至 1 000 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度线,摇匀,溶液需现用现配。

5.3.5 Fe_2O_3 标准溶液(1 mg/mL)

用盐酸(1-4)清洗纯度大于 99.9% 的金属铁表面,以洗去表面氧化层。然后依次用水、酒精、乙醚清洗后,置于干燥器中干燥。准确称取 0.699 4 g 的金属铁然后转移至 200 mL 的烧杯,用表面皿覆盖,然后加入 40 mL 盐酸(1+1),用蒸气浴加热直至溶解。冷却后,将溶液转移至 1 000 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度线,摇匀。

5.3.6 稀释的 Fe_2O_3 标准溶液(0.2 mg/mL)

用移液管移取 200 mL 的 Fe_2O_3 标准溶液(1 mg/mL)至 1 000 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度线,摇匀,溶液需现用现配。

5.3.7 稀释的 Fe_2O_3 标准溶液(0.04 mg/mL)

用移液管移取 40 mL 的 Fe_2O_3 标准溶液(1 mg/mL)至 1 000 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度线,摇匀,溶液需现用现配。

5.3.8 MgO 标准溶液(1 mg/mL)

用盐酸(1—1)清洗纯度 99.9%的金属镁表面,以洗去表面氧化层。然后依次用水、酒精、乙醚清洗后,置于干燥器中干燥。准确称取 0.301 5 g 的金属镁至 200 mL 烧杯中,然后加入 20 mL 盐酸(1+1),盖上表面皿,蒸气浴中加热直至溶解。冷却后,转移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度线,摇匀。

5.3.9 MnO 标准溶液(1 mg/mL)

用盐酸(1—3)清洗纯度大于 99.9%的金属锰表面,以洗去表面氧化层。然后依次用水、酒精、乙醚清洗后,置于干燥器中干燥。准确称量 0.774 5 g 的金属锰至 200 mL 烧杯中,然后加入 40 mL 硝酸(1+1),盖上表面皿,加热直至溶解。冷却后,转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度线,摇匀。

5.3.10 稀释的 MnO 标准溶液(0.04 mg/mL)

用移液管移取 40 mL 的 MnO 标准溶液(1 mg/mL)至 1 000 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度线,摇匀,溶液需现用现配。

5.3.11 P₂O₅ 标准溶液(1 mg/mL)

称取 3 g 磷酸二氢钾,在 110 °C ± 5 °C 下烘干 3 h,然后置于干燥器中冷却。准确称量 1.917 6 g 干燥后的磷酸二氢钾至烧杯中,加入约 300 mL 的水溶解。然后将溶液转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度线,摇匀。

5.3.12 稀释的 P₂O₅ 标准溶液(0.04 mg/mL)

用移液管移取 40 mL P₂O₅ 标准溶液(1 mg/mL)至 1 000 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度线,摇匀。

5.3.13 稀释的 P₂O₅ 标准溶液(0.01 mg/mL)

用移液管移取 10 mL 的 P₂O₅ 标准溶液(1 mg/mL)至 1 000 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度线,摇匀,溶液需现用现配。

5.3.14 K₂O 标准溶液(1 mg/mL)

称取 1 g~1.5 g 氯化钾置于铂金坩埚(30 mL)中,在 600 °C ± 25 °C 下加热约 60 min。置于干燥器中冷却至室温。准确称取 0.791 4 g 经冷却后的氯化钾至 200 mL 烧杯中。用 100 mL 水溶解,然后将溶液转移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度线,摇匀。

5.3.15 SiO₂ 标准溶液(1 mg/mL)

称量 1.5 g~2 g 纯度大于 99.9%的二氧化硅至铂坩埚(30 mL)中,然后在 1 150 °C - 50 °C 下加热约 30 min。取出置于干燥器中冷却,准确称量 1.000 0 g 冷却后的二氧化硅至 50 mL 铂金坩埚中。加入 5.0 g 无水碳酸钠高温加热熔解。取出冷却后置于 200 mL 塑料烧杯中,然后用 150 mL 温水溶解,溶解过程中用塑料棒搅拌。待溶液冷却后转移至 1 000 mL 容量瓶中,然后快速将该溶液转移至塑料瓶中储存。

5.3.16 稀释的 SiO₂ 标准溶液(0.08 mg/mL)

用移液管移取 40 mL 的 SiO₂ 标准溶液(1 mg/mL)至 500 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度线,摇匀。溶液需现用现配。

5.3.17 稀释的 SiO₂ 标准溶液(0.04 mg/mL)

用移液管移取 20 mL 的 SiO₂ 标准溶液(1 mg/mL)至 500 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度线,摇匀,溶液需现用现配。

5.3.18 Na₂O 标准溶液(1 mg/mL)

称取 1 g~1.5 g 氯化钠至铂金坩埚(30 mL)中,然后在 600 °C+25 °C 下加热约 60 min。置于干燥器中冷却。准确称取 0.942 9 g 冷却后氯化钠至 200 mL 烧杯中。用 100 mL 水溶解,然后转移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度线,摇匀。

5.3.19 TiO₂ 标准溶液(1 mg/mL)

用盐酸(1—3)清洗纯度大于 99.9% 的金属钛表面,以洗去表面氧化层。然后依次用水、酒精、乙醚清洗后,置于干燥器中干燥。准确称量 0.599 4 g 的金属钛至铂金皿中,然后加入 40 mL 氢氟酸、15 mL 硫酸(1+1)和 2 mL 硝酸,盖上聚四氟乙烯制成的表面皿,蒸气浴中加热直至溶解。移去表面皿,用水冲洗表面皿,沙浴中加热溶液直至冒硫酸烟。冷却后,用少量水冲洗铂金皿的内壁,然后再次加热至冒硫酸烟。再次冷却后,将溶液转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度线,摇匀。

5.3.20 稀释的 TiO₂ 标准溶液(0.01 mg/mL)

用移液管移取 10 mL 的 TiO₂ 标准溶液(1 mg/mL)至 1 000 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度线,摇匀,溶液需现用现配。

5.3.21 ZrO₂ 标准溶液(1 mg/mL)

称取 0.3 g 纯度大于 99.9% 的氧化锆至铂金坩埚(30 mL)中,然后在 1 150 °C±50 °C 条件下加热约 30 min,取出置于干燥器中冷却。准确称取冷却后的氧化锆 0.200 0 g 于铂金坩埚中,然后加入 4 g 焦硫酸钾,盖上白金盖,加热熔融。

先用煤气喷灯低温加热,否则加热过快会导致三氧化硫的损失。冷却后,将铂金坩埚放入 200 mL 烧杯中,加入 100 mL 硫酸(1+9),然后加热至溶解。再次冷却后,移去铂金坩埚并用水冲洗干净,将溶液转移至 200 mL 容量瓶中,并用水稀释至刻度线,摇匀。

5.3.22 稀释的 ZrO₂ 标准溶液(0.005 mg/mL)

用移液管移取 5 mL 的 ZrO₂ 标准溶液(1 mg/mL)至 1 000 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度线,摇匀,溶液需现用现配。

5.3.23 Sc 标准溶液(1.0 mg/mL)

称取 2.0 g 氧化钪,在 110 °C±5 °C 条件下干燥约 60 min,放置于干燥器中冷却。准确称量 1.533 8 g 干燥后的氧化钪至 600 mL 烧杯中。逐渐加入 100 mL 盐酸(1+1)进行溶解,然后将溶液转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度线,摇匀。

5.3.24 Y 标准溶液(1.0 mg/mL)

在 110 °C±5 °C 条件下干燥 2.0 g 氧化钇约 60 min,放置于干燥器中冷却。准确称取 1.270 0 g 干燥后氧化钇至 600 mL 烧杯中,逐渐加入 100 mL 盐酸(1+1)进行溶解,然后将溶液转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度线,摇匀。

6 样品制备

按照 GB/T 32179 规定制备试样。

7 烧失量的测定

按照 GB/T 32179 规定测定样品的烧失量。

8 试样分解和分析用溶液的制备

8.1 试样分解方法概述

湿法化学分析、火焰光度法、原子吸收分光光度法、电感耦合等离子体发射光谱法,按照以下试样分解方法进行。

熔融试样、盐酸浸取法(见 8.2.2);

熔融试样、硫酸浸取法(见 8.2.3);

氢氟酸溶解试样,用于火焰光度法(见 8.3.2);

氢氟酸溶解试样,用于原子吸收分光光度法(见 8.3.3);

氢氟酸溶解试样,用于电感耦合等离子体发射光谱法(见 8.3.4)。

8.2 熔融试样

8.2.1 概述

用以下两种方法之一制备用于测定的溶液。

- a) 碳酸钠和硼酸混合熔剂熔融试样,熔块用盐酸浸取后,经处理去除大部分二氧化硅(见 8.2.2)。
- b) 碳酸钠和硼酸混合熔剂熔融试样,熔块用硫酸浸取(见 8.2.3)。

8.2.2 熔融试样,盐酸浸取法

8.2.2.1 原理

试样用碳酸钠-硼酸混合熔剂熔融,盐酸浸取,蒸发至湿盐状,用聚氧化乙烯作絮凝剂凝聚硅酸,过滤沉淀,冲洗,在铂坩埚中灼烧。然后用氢氟酸处理,氢氟酸处理前后的质量之差,即为二氧化硅的主量,经过氢氟酸处理后,残余二氧化硅用混合溶剂熔融,稀盐酸浸取,并入滤液。

将溶液稀释至标准容量瓶中,记为储备液(S1)。

8.2.2.2 称样量

称取约 0.50 g 试样,精确至 0.1 mg。

如果试样无残渣,可以使用用于测定烧失量后的试样。

8.2.2.3 试验步骤

8.2.2.3.1 准确称取已烘干的试样到铂金皿(75 mL)中,加入 3.0 g 无水碳酸钠和 1.0 g 硼酸混合均匀,盖上铂金盖,并稍留缝隙,放入高温炉中,逐渐升温至 $1\ 100\ ^\circ\text{C} \pm 25\ ^\circ\text{C}$ 保持 10 min,取出,盖上铂金盖或表面皿。

注 1: 如果加热速度过快,试样会因硼酸脱水而飞溅。

注2：时间过长会使熔块难于在盐酸中溶解。

8.2.2.3.2 将铂金皿从高温炉中取出冷却，然后加入 5 mL 乙醇，30 mL 盐酸(1+1)，2 mL 硫酸，盖上坩埚盖，蒸气浴加热到熔块逐渐溶解，拿掉盖子用水冲洗，破坏表面盐层，用玻璃棒的平头端将大颗粒压细，缓慢加热直至溶液成湿盐状，然后加入 5 mL 盐酸(1+1)，10 mL 聚氧化乙烯溶液(2.5 g/L)，混合均匀，放置 5 min，将溶液用中速定量滤纸过滤到 300 mL 烧杯中并用盐酸(1—50)溶液冲洗几次，用热水冲洗直至无氯离子，保留滤液，盖上铂金盖或表面皿。

注：如果无铂金皿也可使用铂金坩埚，待铂坩埚冷却后，需用少量水和盐酸(1+1)将铂坩埚内试样熔块转移至 300 mL 烧杯中，然后再按试验步骤继续进行操作。

8.2.2.3.3 将沉淀和滤纸转移至铂金坩埚中(30 mL)，加入几滴硫酸(1+1)，将坩埚放入高温炉中低温灰化直至滤纸分解完全，然后升温至 $1\ 100\ ^\circ\text{C} \pm 50\ ^\circ\text{C}$ ，保温 60 min 取出，放置在干燥器中冷却至室温，称量其质量记为 m_1 ，用水润湿沉淀，加入 3 滴硫酸(1+1)，10 mL 氢氟酸，沙浴中加热至干，然后将坩埚放入高温炉中加热至 $1\ 100\ ^\circ\text{C} \pm 50\ ^\circ\text{C}$ ，保持 10 min，取出放入干燥器中冷却，称量其质量记为 m_2 ，计算 m_1 和 m_2 的差值。

注：实验室可根据加热条件需要自行选择加热设备，以下同。

8.2.2.3.4 称取 1.0 g 无水碳酸钠和 0.3 g 硼酸到灼烧后的铂金坩埚中，加热熔融残渣，取出冷却后加入 5 mL HCl(1 | 1)浸取，合并到原滤液(8.2.2.3.2)中，如果溶液体积过大，需将滤液先在 300 mL 烧杯中浓缩然后再转移至 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度线，摇匀，此溶液记为储备液(S1)。

8.2.2.4 空白试验

按照步骤 8.2.2.3 操作，不需加试样，不需加热熔融。此溶液记为空白液(B1)。

8.2.3 熔融试样，硫酸浸取法

8.2.3.1 原理

试样用无水碳酸钠和硼酸熔融，熔块用硫酸浸取。溶液稀释至标准容量瓶中，此溶液记为储备液(S'1)。

8.2.3.2 称样量

称取约 0.50 g 试样，精确至 0.1 mg。如果试样无烧结，可以使用经过测定烧失量后的试样。

8.2.3.3 试验步骤

准确称取已烘干的试样到铂金皿(75 mL)中，加入 4.0 g 无水碳酸钠和 2.7 g 硼酸混合均匀，盖上铂金盖，并稍留缝隙，放入高温炉中，先缓慢加热，然后逐渐升温至 $1\ 100\ ^\circ\text{C} \pm 25\ ^\circ\text{C}$ 加热 10 min，取出坩埚，盖上铂金盖或表面皿。待坩埚稍冷后，边搅拌边加入 55 mL 硫酸(1+9)，蒸汽浴中加热至试样完全溶解，冷却后转移至 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度线，摇匀，此溶液记为储备液(S'1)。

注：如果无铂金皿也可使用铂金坩埚，待铂坩埚冷却后，在 300 mL 烧杯中，加入少量水和 55 mL 硫酸(1 | 9)，加热将铂坩埚内试样熔块溶解，然后待溶液冷却后转移至 250 mL 容量瓶中。

8.2.3.4 空白试验

按照步骤 8.2.3.3 操作不需加试样，不需加热熔融。此溶液记为空白液(B'1)。

8.3 氢氟酸溶解法

8.3.1 概述

用以下方法之一制备用于测定的溶液。

- a) 氢氟酸溶解试样,去除大部分二氧化硅,用于火焰光度法(见 8.3.2)。
- b) 氢氟酸溶解试样,去除大部分二氧化硅,用于原子吸收分光光度法(见 8.3.3)。
- c) 氢氟酸溶解试样,去除大部分二氧化硅,用于电感耦合等离子发射光谱法(见 8.3.4)。

8.3.2 氢氟酸溶解试样,用于火焰光度法

8.3.2.1 原理

试样用氢氟酸分解,残余氟用硫酸驱赶,再用盐酸溶解不溶物,定容至一定体积,此溶液记为储备液(S2)。

8.3.2.2 称样量

称取约 0.20 g 试样,精确至 0.1 mg。

8.3.2.3 试验步骤

8.3.2.3.1 准确称取已烘干试样 0.2 g 到铂金皿(150 mL)中,用水润湿,加入 3 mL 硫酸(1+1),2 mL 硝酸,10 mL 氢氟酸混合均匀,沙浴中缓慢加热至冒硫酸烟,冷却后用少量水冲洗坩埚内壁,加入 2 mL 硝酸,5 mL 氢氟酸,沙浴中缓慢加热至不再冒硫酸烟。

为使试样在铂金皿中混合均匀,可使用铂铈丝、铂金勺或聚四氟乙烯棒、聚四氟乙烯勺搅拌,在试样分解过程中,剧烈反应容易导致溶液飞溅,应小心避免,如果溶液剧烈沸腾,应盖上铂金盖或聚四氟乙烯盖,待冒白烟后拿掉,冷却后,用少量水冲洗铂金盖和铂金皿内壁。

注:若无铂金皿也可使用铂金坩埚。

8.3.2.3.2 冷却后,加入 5 mL 盐酸(1+1),20 mL 水,蒸气浴上加热溶解试样,然后用塑料漏斗过滤到 200 mL 塑料烧杯中,用热水冲洗完全。为尽量减少盐酸的挥发,需快速进行过滤。

注:带有细小颗粒物的溶液不会影响测定。

待溶液冷却后,将其转移至 100 mL 塑料容量瓶中,用水稀释至刻度线,摇匀,此溶液记为储备液(S2)。

8.3.2.4 空白试验

按照步骤 8.3.2.3 操作,不需加试样。此溶液记为空白液(B2)。

8.3.3 氢氟酸溶解试样,用于原子吸收分光光度法

8.3.3.1 原理

试样用氢氟酸分解,残余氟用硫酸驱赶,残渣用盐酸溶解,加入镧溶液,定容至一定体积。此溶液记为储备液(S3)。

8.3.3.2 称样量

称取约 0.20 g 试样,精确至 0.1 mg。

8.3.3.3 试验步骤

准确称取已烘干试样到铂坩埚(75 mL)中,慢慢加热除去含碳物质,铂金皿冷却后,用水润湿残渣,加入 2 mL 硫酸(1+1),2 mL 硝酸,10 mL 氢氟酸混合均匀,将铂金皿放入沙浴中,盖上盖子反应 15 min,用水冲洗坩埚,然后蒸发至干,小心避免液体飞溅,冷却后,用少量水冲洗盖子和铂金皿内壁,加入 1 mL 硫酸(1+1),2 mL 硝酸,继续加热至干,冷却后,加入 5 mL 盐酸(1+1),约 20 mL 水,沙浴中

加热溶解试样,如有残渣,需用滤纸过滤到 200 mL 烧杯中,用热水冲洗完全。冷却后,加入 10 mL La_2O_3 (50 g/L),转移至 100 mL 塑料容量瓶中,用水稀释至刻度线,摇匀,此溶液记为储备液(S3)。

8.3.3.4 空白试验

按照步骤 8.3.3.3 操作,不需加试样。此溶液记为空白液(B3)。

8.3.4 氢氟酸溶解试样,用于电感耦合等离子发射光谱法

8.3.4.1 原理

试样用氢氟酸分解,残余氟用硫酸驱赶,残渣用盐酸溶解,定容至一定体积。此溶液记为储备液(S4)。

8.3.4.2 称样量

称取约 0.20 g 试样,精确至 0.1 mg。

8.3.4.3 试验步骤

试样溶液的制备按照步骤 8.3.3.3 操作,不需加入 10 mL La_2O_3 溶液。此溶液记为储备液(S4)。

8.3.4.4 空白试验

按照步骤 8.3.4.3 操作,不需加试样。此溶液记为空白液(B4)。

9 二氧化硅的测定

9.1 凝聚重量-解聚钼蓝光度法($\geq 4\%$)

9.1.1 原理

储备液 S1(见 8.2.2.3)中,加入过量的氟离子,使高聚合状态的硅酸生成 SiF_6^{2-} ,过量的 F 用硼酸络合,在一定酸度下,单硅酸与钼酸铵形成硅钼杂多酸,加入酒石酸,消除磷、砷的干扰,然后用抗坏血酸将其还原为硅钼蓝,测定吸光度。滤液中残余的二氧化硅量与氢氟酸处理前后的质量之差($m_1 - m_2$) (见 8.2.2.3.3),两者之和即为试样中二氧化硅的含量。

9.1.2 试验步骤

储备液 S1 配制完成后,要尽快进行测定,溶液放置时间过长会使硅酸凝聚,导致测量结果偏低。

移取 10 mL 储备液 S1(见 8.2.2.3)于 100 mL 塑料烧杯中,加入 2 mL 氢氟酸(1+9),用塑料棒搅拌均匀。放置 10 min,加入 50 mL 硼酸(40 g/L),2 mL 钼酸铵(80 g/L),搅拌均匀,然后保持在 25 °C 下放置 10 min。加入 5 mL 酒石酸(100 g/L),搅拌均匀,1 min 后加入 2 mL 抗坏血酸(100 g/L)。将溶液转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,放置 60 min。用 1 cm 吸收皿,于分光光度计 650 nm 处,以水为参比溶液测定其吸光度。

9.1.3 标准曲线的绘制

移取 0 mL、2 mL、4 mL、6 mL、8 mL 和 10 mL (0 mg~0.4 mg 二氧化硅)二氧化硅标准溶液(SiO_2 0.04 mg/mL),分别置于一组 100 mL 塑料烧杯中,加入 10 mL 空白溶液(B1)(见 8.2.2.4)。以下按 9.2.2 操作,绘制标准曲线。

9.1.4 空白试验

空白溶液(B1)(见 8.2.2.4)按 9.1.2 操作。

9.1.5 计算

SiO₂的质量分数,以%表示,根据式(3)计算结果:

$$w(\text{SiO}_2) = \frac{(m_1 - m_2) - (m_s - m_b) \times V/V_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- m_1 由 8.2.2.3.3 测得 SiO₂的质量,单位为克(g);
- m_2 由 8.2.2.3.3 测得 SiO₂的质量,单位为克(g);
- m_s ——由储备溶液 S1 测得 SiO₂的质量,单位为克(g);
- m_b ——由储备溶液 B1 测得 SiO₂的质量,单位为克(g);
- V ——试液总体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_1 ——分取试液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- m 称样量,见 8.2.2.3.1,单位为克(g)。

9.2 解聚钼蓝光度法(≤10%)

9.2.1 原理

储备液 S'1(见 8.2.3.3)中,加入过量的氟离子,使高聚合状态的硅酸生成 SiF₆²⁻,过量的 F⁻用硼酸络合,在一定酸度下,单硅酸与钼酸铵形成硅钼杂多酸,加入酒石酸,消除磷、砷的干扰,然后用抗坏血酸将其还原为硅钼蓝,于分光光度计 650 nm 处,测定吸光度。

9.2.2 试验步骤

分别移取一定量的储备液 S'1(见 8.2.3.3)于两个 100 mL 塑料烧杯中,加入空白储备液 B'1(见 8.2.3.4),加入 2 mL 氢氟酸(1+9),用塑料棒搅拌均匀。放置 10 min。加入 50 mL 硼酸(40 g/L),用水稀释至 80 mL。加入 5 mL 钼酸铵(80 g/L),搅拌均匀,然后保持在 25 °C 下放置 10 min。加入 5 mL 酒石酸(100 g/L),搅拌均匀,1 min 后加入 10 mL 抗坏血酸(100 g/L)。将溶液转移至 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,放置 60 min。用 1 cm 吸收皿,于分光光度计 650 nm 处,以水为参比溶液测量其吸光度。取两个测定结果的平均值。

如果两个平行样测定结果吸光度之差大于 0.005,则重新按 9.2.2 和 8.2.2.3.3 操作,根据试样中二氧化硅的含量,移取储备液 S'1 和空白溶液 B'1 的量,见表 3。

表 3 移取储备液 S'1 和空白溶液 B'1 的量

二氧化硅的含量 %	移取储备液 S'1 的体积 mL	移取储备液 B'1 的体积 mL
<2	20	0
≥2~<4	10	10
≥4~<10	5	15

9.2.3 空白试验

空白溶液(B'1)(8.2.3.4)按 9.2.2 操作。空白溶液的体积与(S'1)溶液体积一致。

9.2.4 标准曲线的绘制

移取 0 mL、5 mL、15 mL、20 mL 和 25 mL (0 mg~1 mg 二氧化硅) 二氧化硅标准溶液 (SiO₂ 0.04 mg/mL), 分别置于一组 100 mL 塑料烧杯中, 加入 20 mL 空白溶液 (B'1) (见 8.2.3.4)。以下按 9.2.2 操作, 绘制标准曲线。

9.2.5 计算

SiO₂ 的质量分数, 以 % 表示, 根据式(4)计算结果:

$$w(\text{SiO}_2) = \frac{m_s - m_b}{m \times V_1 / V} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- m_s ——由储备溶液 S'1 测得 SiO₂ 的质量, 单位为克(g);
- m_b ——由储备溶液 B'1 测得 SiO₂ 的质量, 单位为克(g);
- 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 ——称样量, 见 8.2.2.3.1, 单位为克(g)。

10 三氧化二铝的测定

10.1 原理

在一定酸度下, 储备液 S1 或 S'1 (见 8.2.2.3 或 8.2.3.3) 与过量的 CyDTA 溶液反应, 生成 CyDTA 铝络合物, 二甲酚橙作指示剂, 过量的 CyDTA 用乙酸锌溶液返滴定, 氧化铝的含量计算应减去三氧化二铁 (其测定方法见第 11 章) 等氧化物的含量。

10.2 试验步骤

移取 50 mL 储备液 S1 或 S'1 至 300 mL 烧杯中, 加入过量的 CyDTA 溶液 [$c(\text{CyDTA}) = 0.01 \text{ mol/L}$] 用水稀释至 100 mL。

CyDTA 溶液的加入量应根据氧化铝和三氧化二铁的含量而定, 见表 4。

表 4 CyDTA 溶液的加入量

三氧化二铝和三氧化二铁的含量 %	CyDTA 溶液的加入体积 mL
<1	5
≥1~<2	10
≥2~<4	20
≥4~<7	30
≥7	40

加入 1 g 六次甲基四胺, 然后加入一滴甲基橙 (0.4 g/L) 指示剂, 用滴管加入氨水 (1+1) 和氨水 (1+9), 直至溶液 pH 值为 3, 溶液显红色, 静置 5 min。

如果氨水 (1+9) 加入过量, pH 值大于 3, 溶液显橙色, 则加入盐酸 (1+1), 重复上述步骤重新调节 pH 值。

加入 5 g 六次甲基四胺调节 pH 值至 5.5~5.8, 加入 4~5 滴二甲酚橙溶液(1 g/L)作为指示剂, 用乙酸锌溶液[$c(\text{Zn})=0.01 \text{ mol/L}$]滴定, 边滴定边摇动, 直至溶液由黄色变为红色, 且红色不消失为滴定终点。

10.3 空白试验

移取 50 mL 储备液 B1 或 B'1(见 8.2.2.4 或 8.2.3.4)。按 10.2 步骤操作, CyDTA 溶液的加入量与储备液中的加入量应保持一致。

10.4 计算

三氧化铝的质量分数, 以%表示, 根据式(5)计算结果:

$$w(\text{Al}_2\text{O}_3) = \frac{c [(V_2 - V_3 \cdot K) / 1\,000] M}{2m \times V_1 / V} \times 100 - w(\text{Fe}_2\text{O}_3) \times 0.638\,5 - w(\text{TiO}_2) \times 0.638\,1 \\ - w(\text{MnO}) \times 0.719 - w(\text{ZrO}_2) \times 0.414 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- c CyDTA 标准溶液浓度的数值, 单位为摩尔每升(mol/L);
- V_2 加入 CyDTA 标准溶液体积的数值, 单位为毫升(mL);
- V_3 回滴过量 CyDTA 标准溶液所用乙酸锌标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升(mL);
- K 乙酸锌标准滴定溶液换算成 EDTA 标准溶液的系数;
- M Al_2O_3 的摩尔质量的数值($M=101.961$), 单位为克每摩尔(g/mol);
- m 称样量, 见 8.2.2.3.1 或 8.2.3.3, 单位为克(g);
- 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);
- $w(\text{Fe}_2\text{O}_3)$ ——由 11.5 或 21.2.6 测得的三氧化二铁的质量分数, 以%表示;
- 0.638 5 ——由 Fe_2O_3 换算为 Al_2O_3 的系数;
- $w(\text{TiO}_2)$ ——由 12.5 或 21.2.6 测得的二氧化钛的质量分数, 以%表示;
- 0.638 1 ——由 TiO_2 换算为 Al_2O_3 的系数;
- $w(\text{MnO})$ 由 13.5 或 21.2.6 测得的氧化锰的质量分数, 以%表示;
- 0.719 由 MnO 换算为 Al_2O_3 的系数;
- $w(\text{ZrO}_2)$ ——由 19.5 或 21.2.6 测得的氧化锆的质量分数, 以%表示;
- 0.414 由 ZrO_2 换算为 Al_2O_3 的系数。

11 三氧化二铁的测定

11.1 原理

将一定量储备液 S1 或 S'1(见 8.2.2.3 或 8.2.3.3)用抗坏血酸将 $\text{Fe}(\text{III})$ 还原为 $\text{Fe}(\text{II})$, 乙酸铵调节溶液的 pH 值, 在一定酸度下 $\text{Fe}(\text{II})$ 与邻二氮杂菲形成红色络合物, 于分光光度计 510 nm 处测定其吸光度。

11.2 试验步骤

准确移取一定量的储备液 S1 或 S'1 至 100 mL 容量瓶中, 体积见表 5。表 5 中列出的体积加入量, 应根据试样中三氧化二铁的含量而定。

表 5 储备液 S1 或 S'1 的加入体积

三氧化二铁的含量 %	储备液 S1 或 S'1 的加入体积 mL
<0.5	25
≥0.5~<1.5	10
≥1.5~<5	5
≥5	2 ^a

^a 可选择先移取 20 mL 储备液到 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度线,然后移取 10 mL 溶液,代替直接从储备液中移取 2 mL 溶液。

向容量瓶中加入 60 mL 水,稀释,摇匀,加入 5 mL 硼酸(40 g/L),2 mL 抗坏血酸溶液(100 g/L),然后加入 10 mL 邻二氮杂菲(1 g/L),10 mL 乙酸铵(200 g/L),用水稀释至刻度线,放置 30 min,用 1 cm 吸收皿于分光光度计 510 nm 处测定其吸光度。

11.3 空白试验

移取一定量储备液 B1 或 B'1(见 8.2.2.4 或 8.2.3.4)。按 11.2 步骤操作,空白溶液的试剂加入量与储备液中的试剂加入量应保持一致。

11.4 标准曲线的绘制

移取 0 mL(作为参比)、2 mL、5 mL、10 mL 和 15 mL(0 mg~0.6 mg 三氧化二铁)三氧化二铁标准溶液(Fe₂O₃ 0.04 mg/mL),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,以下按 11.2 操作,以参比溶液为参比测定吸光度,绘制标准曲线。

11.5 计算

Fe₂O₃ 的质量分数,以%表示,根据式(6)计算结果:

$$w(\text{Fe}_2\text{O}_3) = \frac{m_s - m_b}{m \times V_1/V} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

- m_s ——由储备溶液 S1 或 S'1 测得 Fe₂O₃ 的质量,单位为克(g);
- m_b ——由储备溶液 B1 或 B'1 测得 Fe₂O₃ 的质量,单位为克(g);
- m ——称样量,见 8.2.2.3.1 或 8.2.3.3,单位为克(g);
- 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)。

12 二氧化钛的测定

12.1 原理

调节溶液酸度,用抗坏血酸将储备液 S1 或 S'1(见 8.2.2.3 或 8.2.3.3)中的 Fe(III)还原,消除干扰,在一定酸度下,钛与二安替比林甲烷形成黄色络合物,于分光光度计 390 nm 处测定其吸光度。

12.2 试验步骤

12.2.1 准确移取一定量的储备液 S1 或 S'1 至 50 mL 容量瓶中,根据试样中二氧化钛的含量,移取储备液 S1 和 S'1 的量,见表 6。

表 6 储备液 S1 或 S'1 的加入体积

二氧化钛的含量 %	储备液 S1 或 S'1 的加入体积 mL
<0.5	25
≥0.5~<1.5	10
≥1.5	5

12.2.2 加入 5 mL 盐酸(1+1),2 mL 抗坏血酸(100 g/L)溶液,放置 1 min,然后加入 10 mL 二安替比林甲烷(10 g/L),用水稀释至刻度线,放置 90 min,用 1 cm 吸收皿于分光光度计 390 nm 处,以水为参比测定其吸光度。

12.3 空白试验

移取一定量储备液 B1 或 B'1(见 8.2.2.4 或 8.2.3.4),按 12.2 步骤操作。

12.4 标准曲线的绘制

移取 0 mL(作为参比)、5 mL、10 mL、15 mL 和 20 mL(0 mg~0.2 mg 二氧化钛)二氧化钛标准溶液(TiO_2 0.01 mg/mL),分别置于 50 mL 容量瓶中,以下按 12.2 操作,以参比溶液为参比测定吸光度,绘制标准曲线。

12.5 计算

TiO_2 的质量分数,以%表示,根据式(7)计算结果:

$$w(\text{TiO}_2) = \frac{m_s - m_b}{m \times V_1/V} \times 100 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

m_s ——由储备溶液 S1 或 S'1 测得 TiO_2 的质量,单位为克(g);

m_b ——由储备溶液 B1 或 B'1 测得 TiO_2 的质量,单位为克(g);

m ——称样量,见 8.2.2.3.1 或 8.2.3.3,单位为克(g);

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)。

13 氧化锰的测定

13.1 原理

储备液 S1 或 S'1(见 8.2.2.3 或 8.2.3.3),冒硫酸烟后, $\text{Mn}(\text{II})$ 经高碘酸钾氧化形成紫色络合物,于分光光度计 525 nm(或 545 nm)处测定其吸光度(如果试样中含铬,需先去除铬)。

13.2 试验步骤

移取 20 mL 储备液 S1 或 S'1 至 200 mL 烧杯中。加入 10 mL 硫酸(1+1),加热直至冒硫酸烟,如

果试样中含铬,需去除铬离子,冷却后,加入 20 mL 浓硝酸、10 mL 磷酸(1+9)、约 50 mL 水,加热溶解盐分,冒硝酸烟,稍微冷却加入 0.2 g 高碘酸钾,沸腾 2 min 将烧杯放到蒸气浴上加热 40 min,冷却后,迅速将溶液转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度线,摇匀。用水稀释至刻度线,用 1 cm 吸收皿在 525 nm(或 545 nm)处以水为参比测定其吸光度。

13.3 空白试验

移取一定量储备液 B1 或 B'1(见 8.2.2.4 或 8.2.3.4),按 13.2 步骤操作。

13.4 标准曲线的绘制

移取 0 mL(作为参比)、5 mL、15 mL、20 mL 和 25 mL(0 mg~1.00 mg 氧化锰)氧化锰标准溶液(MnO 0.04 mg/mL),分别置于六个 200 mL 烧杯中,以下按 13.2 操作,以水为参比测定吸光度,绘制标准曲线。

13.5 计算

MnO 的质量分数,以%表示,根据式(8)计算结果:

$$w(\text{MnO}) = \frac{m_s - m_b}{m \times V_1/V} \times 100 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

m_s ——由储备溶液 S1 或 S'1 测得 MnO 的质量,单位为克(g);

m_b ——由储备溶液 B1 或 B'1 测得 MnO 的质量,单位为克(g);

m ——称样量,见 8.2.2.3.1 或 8.2.2.3.4,单位为克(g);

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)。

14 氧化钙的测定

14.1 原理

储备液 S1 或 S'1(见 8.2.2.3 或 8.2.3.3)。用三乙醇胺和硫化钠掩蔽干扰离子,氢氧化钾调节溶液 pH 值到 13 左右,用 EDTA 溶液做滴定液,钙黄素作指示剂进行预滴定。另取一份储备液,加入比之前预滴定体积少 1 mL~2 mL 的 EDTA 溶液,然后再次调节溶液 pH 值到 13 左右,用 EDTA 溶液滴定至终点。

14.2 试验步骤

14.2.1 准确移取 20 mL 储备液 S1 或 S'1 至 500 mL 烧杯中,用水稀释至 300 mL,加入 5 mL 三乙醇胺(1+2),1 mL 硫化钠(100 g/L),加入氢氧化钾溶液(250 g/L),调节溶液 pH 值到 12.7~13.2,搅拌 2 min~3 min,加入 0.05 g 钙黄素指示剂,边搅拌边用 EDTA 溶液($c_{\text{EDTA}}=0.02 \text{ mol/L}$)滴定至溶液由荧光绿色变为橙色为终点。

14.2.2 准确移取 20 mL 储备液 S1 或 S'1 至 500 mL 烧杯中,用水稀释至 300 mL,加入 5 mL 三乙醇胺(1+2),1 mL 硫化钠(100 g/L),加入比 8.2.1 滴定体积少 1 mL~2 mL 的 EDTA 溶液。然后加入氢氧化钾溶液(250 g/L),调节溶液 pH 值到 12.7~13.2,搅拌 2 min~3 min,加入 0.05 g 钙黄素指示剂,边搅拌边用 EDTA 溶液($c_{\text{EDTA}}=0.02 \text{ mol/L}$),滴定至溶液由荧光绿色变为橙色为终点。

注:如果滴定过程在黑纸或黑底板上操作,则滴定终点更为明显。

14.3 空白试验

移取相同体积储备液 B1 或 B'1(见 8.2.2.4 或 8.2.3.4),按 14.2 步骤操作。

14.4 计算

氧化钙的质量分数,以%表示,根据式(9)计算结果:

$$w(\text{CaO}) = \frac{c(\text{EDTA}) \times [(V_2 - V_0) / 1\,000] \times M}{m \times V_1 / V} \times 100 \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中:

- $c(\text{EDTA})$ ——EDTA 标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_2 ——滴定时所用 EDTA 标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_0 ——滴定空白所用 EDTA 标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- M ——CaO 的摩尔质量的数值($M=56.079$),单位为克每摩尔(g/mol);
- m ——称样量,见 8.2.2.3.1 或 8.2.2.4,单位为克(g);
- 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)。

15 氧化镁的测定

15.1 原理

储备液 S1 或 S'1(见 8.2.2.3 或 8.2.3.3),用三乙醇胺和硫化钠掩蔽干扰离子,缓冲溶液调节溶液 pH 值到 10 左右,用标定好的 EDTA 溶液滴定氧化钙和氧化镁含量、氧化钙含量(见第 14 章、第 21 章或第 22 章)。

15.2 试验步骤

准确移取 20 mL 储备液 S1 或 S'1 至 500 mL 烧杯中,用水稀释至 200 mL,加入 5 mL 盐酸羟胺(1+2)、20 mL 三乙醇胺(1+1)、10 mL 缓冲溶液(pH 值=10)、1 mL 硫化钠(100 g/L),加入 3~4 滴铬黑 T(2 g/L)作指示剂,边搅拌边用 EDTA 溶液($c_{\text{EDTA}}=0.02$ mol/L)滴定至溶液由红变为蓝色为终点。

注:滴定过程在乳白色玻璃或塑料板上操作,并用钨灯照射使滴定终点更为明显。

15.3 空白试验

移取相同体积储备液 B1 或 B'1(见 8.2.2.4 或 8.2.3.4)。按 15.2 步骤操作。

15.4 计算

氧化镁的质量分数,以%表示,根据式(10)计算结果:

$$w(\text{MgO}) = \frac{c(\text{EDTA}) \times [(V_2 - V_0) / 1\,000] \times M}{m \times V_1 / V} \times 100 - w(\text{CaO}) \times 0.719 \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中:

- V_2 ——滴定时所用 EDTA 标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_0 ——滴定空白所用 EDTA 标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- M ——MgO 的摩尔质量的数值($M=40.32$),单位为克每摩尔(g/mol);
- m ——称样量,见 8.2.2.3.1 或 8.2.2.4,单位为克(g);

$w(\text{CaO})$ 由第 8 章、第 21 章或第 22 章测得的氧化钙的质量分数；
0.719 ——氧化钙换算为氧化镁的系数。

16 火焰光度法测定氧化钠

16.1 原理

用火焰光度计测定储备溶液(S2)(见 8.3.2.3)氧化钠的发射强度。

16.2 试剂

16.2.1 混合标准溶液 1, Na_2O 0.05 mg/mL、 K_2O 0.05 mg/mL

分别移取 25 mL 浓度均为 1 mg/mL 的 Na_2O 、 K_2O 标准溶液到 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度线。

16.2.2 系列 1 溶液标准曲线

分别移取一定量混合标准溶液 1 到一组 100 mL 容量瓶中,再分别加入一定体积的 MgO 基体溶液 (MgO 10 mg/L)(16 mL MgO 基体溶液相当于 80% 的 MgO),加入 5 mL HCl 溶液(1-1),用水稀释到刻度线。

表 7 系列 1 标准曲线

系列 1 溶液 序号	MgO 溶液 (MgO 10 mg/ mL) mL	HCl 溶液 (1+1) mL	混合标准溶液 体积 mL	溶液浓度 mg/100 mL	
				Na_2O	K_2O
1	16	5	0	0	0
2	16	5	1	0.05	0.05
3	16	5	2	0.10	0.10
4	16	5	3	0.15	0.15
5	16	5	4	0.20	0.20
6	16	5	5	0.25	0.25
7	16	5	6	0.30	0.30
8	16	5	8	0.40	0.40
9	16	5	10	0.50	0.50
10	16	5	15	0.75	0.75
11	16	5	20	1.00	1.00
12	16	5	25	1.25	1.25
13	16	5	30	1.50	1.50
14	16	5	40	2.00	2.00

1 mL MgO 基体溶液相当于 5% 含量的 MgO, 16 mL MgO 基体溶液相当于 80% 含量的 MgO。

16.3 试验步骤

在 589 nm 波长下,用火焰光度计测试溶液储备液 S2 的发射强度。

16.4 空白试验

按照步骤 16.3 测试空白溶液 B2(见 8.3.2.4)。

16.5 标准曲线的绘制

按照 16.2.2 步骤配制系列 1 标准溶液,按 16.2.2 测定系列 1 溶液的发射强度,根据发射强度与氧化钠质量的比例关系,绘制标准曲线。试样和空白溶液应与标准曲线同时测定,且标准曲线应现用现配。

16.6 计算

氧化钠的质量分数,以%表示,根据式(11)计算结果:

$$w(\text{Na}_2\text{O}) = \frac{m_s - m_b}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(11)$$

式中:

m_s ——由储备溶液 S2 测得 Na_2O 的质量,单位为克(g);

m_b ——由空白溶液 B2 测得 Na_2O 的质量,单位为克(g);

m ——称样量,见 8.2.2.3.1,单位为克(g)。

17 火焰光度法测定氧化钾

17.1 原理

用火焰光度计测定储备溶液(S2)(见 8.3.2.3)氧化钾的发射强度。

17.2 试验步骤

在 766.5 nm 波长下,用火焰光度计测量溶液储备液 S2 的发射强度。

17.3 空白试验

按照步骤 17.2 测定空白溶液 B2(见 8.3.2.4)。

17.4 校准曲线的绘制

按照 16.2.2 步骤配制系列 1 标准溶液,按 17.2 测定系列 1 溶液溶液的发射强度,根据发射强度与氧化钾质量的比例关系,绘制标准曲线。

17.5 计算

氧化钾的质量分数,以%表示,根据式(12)计算结果:

$$w(\text{K}_2\text{O}) = \frac{m_s - m_b}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(12)$$

式中:

m_s ——由储备溶液 S2 测得 K_2O 的质量,单位为克(g);

m_b ——由空白溶液 B2 测得 Na_2O 的质量,单位为克(g);

m ——称样量,见 8.2.2.3.1,单位为克(g)。

18 三氧化二铬的测定

18.1 二苯基碳酰二肼比色法

18.1.1 原理

将硝酸铈铵溶液加入到预先用硫酸除去氯离子的储备液 S1 或 S'1(见 8.2.2.3 或 8.3.2.3)中,用叠氮化钠除去多余的铈离子,再加入二苯基碳酰二肼溶液。于分光光度计 540 nm 处测定其吸光度。

18.1.2 试验步骤

18.1.2.1 准确移取一定量的储备液 S1 或 S'1 至 100 mL 烧杯中,体积见表 7,加入 5 mL 硫酸(1+9),加热蒸发至干,加入 15 mL 水,再加入 2 mL 硫酸,加热使残渣尽量分解完全,如果有残渣则需过滤,然后用热水冲洗残渣,浓缩溶液体积至 20 mL,加入 2 mL 硝酸铈铵(10 g/L),蒸气浴中加热 25 min,然后冷却至 10 °C,逐滴加入叠氮化钠(20 g/L),除去多余的铈离子。根据试样中三氧化二铬的含量,移取储备液 S 或 S'1 的量,见表 8。

表 8 储备液 S1 或 S'1 的加入体积

三氧化二铬的含量 %	储备液 S1 或 S'1 的加入体积 mL
<0.6	10
≥0.6~<1.2	5
≥1.2	2 ^a

^a 可选择先移取 20 mL 储备液到 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度线,然后移取 10 mL 溶液,代替直接从储备液中移取 2 mL 溶液。

18.1.2.2 将上述溶液转移至 100 mL 容量瓶中,加入 3 mL 硫酸(1+9),用水稀释至 90 mL,加入 2 mL 二苯基碳酰二肼(10 g/L),用水稀释至刻度线,摇匀,放置 5 min,用 1 cm 吸收皿于分光光度计 540 nm 处测定其吸光度。

18.1.3 空白试验

移取一定量储备液 B1 或 B'1(见 8.2.2.4 或 8.3.2.4)。按 18.2.2 步骤操作。

18.1.4 标准曲线的绘制

移取 0 mL(作为参比)、1 mL、2 mL、3 mL、4 mL 和 5 mL 0.025 mg/mL Cr₂O₃ 标准溶液(0 mg~0.125 mg Cr₂O₃)分别置于一组 100 mL 容量瓶中,以下按 18.2.1 操作,加入 5 mL 硫酸(1+9),以参比溶液为参比测定吸光度,绘制标准曲线。

18.1.5 计算

Cr₂O₃ 的质量分数,以%表示,根据式(13)计算结果:

$$w(\text{Cr}_2\text{O}_3) = \frac{m_s - m_b}{m \times V_1/V} \times 100 \quad \dots\dots\dots(13)$$

式中:

m_s ——由储备溶液 S1 或 S'1 测得 Cr_2O_3 的质量,单位为克(g);

m_b ——由储备溶液 B1 或 B'1 测得 Cr_2O_3 的质量,单位为克(g);

m ——称样量,见 8.2.2.3.1 或 8.2.3.3,单位为克(g);

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)。

18.2 EDTA 法

18.2.1 原理

在一定的酸度下,储备液 S1 或 S'1(见 8.2.2.3 或 8.3.2.3)与 EDTA 加热反应后,形成紫色的络合物,用醋酸-醋酸钠做缓冲溶液,于分光光度计 540 nm 处测定其吸光度。

此方法适用于三氧化二铬含量范围为 0.1%~1%,在此含量范围内,对于含量高的试样需减少测量溶液的用量。另外,EDTA 易与 Fe(III) 离子形成络合物,影响测量结果,(1% Fe_2O_3 相当于 0.1% Cr_2O_3)当试样中含铁氧化物含量已知时,可通过计算校正,如果试样中 Fe_2O_3 含量达到 0.1%,则应选择二苯基碳酰二肼比色法测定。

18.2.2 试验步骤

准确移取 10 mL 的储备液 S1 或 S'1 至 250 mL 烧杯中,加入 1 滴过氧化氢,然后加入氨水直至有沉淀生成,加入盐酸(1+1)使沉淀溶解,再加入 5 滴盐酸,然后加入 10 mL EDTA(0.02 mol/L),盖上玻璃盖加热至溶液沸腾,保持 15 min,然后加入 10 mL 醋酸-醋酸钠缓冲溶液,放置至冷却,将上述溶液转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度线,摇匀,在 $20 \pm 2^\circ\text{C}$ 下,用 4 cm 吸收皿在 540 nm 波长处测定其吸光度。

18.2.3 标准曲线的绘制

移取 0 mL(作为参比)、1 mL、3 mL、5 mL、10 mL、15 mL、20 mL 和 30 mL 0.025 mg/mL Cr_2O_3 标准溶液(0 mg~0.75 mg Cr_2O_3),分别置于一组 250 mL 烧杯中,以下按 18.2.2 操作,测定吸光度,绘制标准曲线。必要时需对空白溶液进行校正。

18.2.4 干扰离子校正系数的测定

移取 0 mL、5 mL、10 mL、15 mL 和 20 mL 0.2 mg/mL Cr_2O_3 (0 mg~4 mg Cr_2O_3)和(0 mg~4 mg 三氧化二铬)(Cr_2O_3 0.2 mg/mL)和 0.2 mg/mL Fe_2O_3 分别置于一组 250 mL 烧杯中,以下按 18.2.2 操作,测定吸光度,绘制标准曲线。

校正系数 C 按式(14)计算:

$$C = K \frac{A_{\text{corr}}}{m_3} \quad \dots\dots\dots(14)$$

式中:

K ——方法的校正系数,通过式(15)计算;

A_{corr} ——用于校正空白溶液吸光度的 Fe_2O_3 溶液的吸光度;

m_3 ——每 100 mL 校正溶液中含 Fe_2O_3 的质量,单位为毫克(mg)。

$$K = \frac{m_1}{A_{(\text{calib})\text{corr}}} \quad \dots\dots\dots(15)$$

式中:

m_1 ——每 100 mL 校正溶液中含 Cr_2O_3 的质量,单位为毫克(mg);

$A_{(\text{calib})\text{corr}}$ ——用于校正空白溶液吸光度的校正溶液的吸光度。

注：在上述测试条件下，用 4 cm 吸收皿在 540 nm 波长处测定其吸光度。K 值约为 9.5，干扰离子校正系数 C 约为 0.01。

18.2.5 计算

Cr₂O₃ 的质量分数，以 % 表示，根据式(16)计算结果：

$$w(\text{Cr}_2\text{O}_3) = \frac{m_1 - m_2}{m \times V_1/V} \times 100 \quad \dots\dots\dots(16)$$

式中：

- m₁ 试样溶液中测得 Cr₂O₃ 的质量，单位为克(g)；
- m₂ 空白溶液中测得 Cr₂O₃ 的质量，单位为克(g)；
- m ——称样量，见 8.2.2.3.1 或 8.2.3.3，单位为克(g)；
- V₁ ——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)。

校正三氧化二铁对三氧化二铬质量分数的影响，根据式(17)计算：

$$w(\text{Cr}_2\text{O}_3)_{\text{corr}} = w(\text{Cr}_2\text{O}_3)_{\text{det}}(C \times D) \quad \dots\dots\dots(17)$$

式中：

- w(Cr₂O₃)_{det} ——由校准曲线测得的 Cr₂O₃ 的质量分数，以 % 表示；
- C 干扰离子校正系数，通过 18.2.4 测定；
- D 试样中 Fe₂O₃ 的质量分数，通过第 11 章测定，以 % 表示。

19 二甲酚橙分光光度法测定二氧化锆

19.1 原理

储备液 S1 或 S'1(见 8.2.2.3 或 8.3.2.3)，用氯化铝和盐酸联氨作为掩蔽剂掩蔽干扰离子。在一定酸度下，锆离子与二甲酚橙形成黄色络合物，于分光光度计 535 nm 处测定其吸光度。

19.2 试验步骤

19.2.1 准确移取一定量的储备液 S1 或 S'1 至 50 mL 容量瓶中，加入 8 mL 氯化铝(25 g/L)，根据试样中二氧化锆的含量，移取储备液 S 和 S'1 的量，见表 9。

表 9 储备液 S1 或 S'1 的加入体积

二氧化锆的含量 %	储备液 S1 或 S'1 的加入体积 mL
<0.20	25
≥0.2~<0.5	10
≥0.5	5

19.2.2 按 19.2.1 移取一定量储备液到 100 mL 烧杯中，加入一滴二甲酚橙(1 g/L)作为指示剂，用滴管加入 5 mL 氨水(1+1)，直到溶液显黄色，记下氨水的加入体积 x 以 mL 计。

19.2.3 加入 [4.5 - (7/x)] mL 盐酸(1+1)、8 mL 氯化铝(25 g/L)和 5 mL 盐酸联氨(150 g/L)到 50 mL 容量瓶(a)中，用水稀释至 40 mL，摇匀。加入 4.5 mL 盐酸(1+1)、8 mL 氯化铝(25 g/L)和 5 mL 盐酸联氨(150 g/L)到另一个 50 mL 容量瓶(b)中，用水稀释至 40 mL，摇匀。将 a、b 容量瓶放置在沸水浴中煮沸 10 min，然后用流水冷却。

19.2.4 准确加入 5 mL 二甲酚橙(1 g/L)分别到 a、b 容量瓶中,用水稀释至刻度线,放置 10 min,用 1 cm 吸收皿于分光光度计 535 nm 处以溶液 b 为参比测定其吸光度。

19.3 空白试验

移取一定量储备液 B1 或 B'1(见 8.2.2.4 或 8.3.2.4),按 19.2 步骤操作。

19.4 标准曲线的绘制

移取 0 mL(作为参比)、2 mL、4 mL、6 mL、8 mL、10 mL 0.005 mg/mL ZrO_2 标准溶液(0 mg~0.05 mg ZrO_2),分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加入 4.5 mL 盐酸(1+1)、8 mL 氯化铝(25 g/L)、5 mL 盐酸联氨(150 g/L)到另一个 50 mL 容量瓶(b)中,用水稀释至 40 mL,以下按 19.2.3 和 19.2.4 操作,测定吸光度,绘制标准曲线。

19.5 计算

ZrO_2 的质量分数,以%表示,根据式(18)计算结果:

$$w(ZrO_2) = \frac{m_s - m_b}{m \times V_1/V} \times 100 \quad \dots\dots\dots(18)$$

式中:

m_s ——由储备溶液 S1 或 S'1 测得 ZrO_2 的质量,单位为克(g);

m_b ——由储备溶液 B1 或 B'1 测得 ZrO_2 的质量,单位为克(g);

m ——称样量,见 8.2.2.3.1 或 8.2.3.3,单位为克(g);

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)。

20 钼蓝光度法测定五氧化二磷

20.1 原理

储备液 S1 或 S'1(见 8.2.2.3 或 8.3.2.3),用对硝基酚为指示剂调节溶液的酸度,抗坏血酸作为还原剂,加热条件下,磷与钼酸铵形成钼蓝,于分光光度计 830 nm 处测定其吸光度。

20.2 试验步骤

20.2.1 准确移取一定量的储备液 S1 或 S'1 至 100 mL 容量瓶中,根据试样中五氧化二磷的含量,移取储备液 S 和 S'1 的量,见表 10。

表 10 储备液 S1 或 S'1 的加入体积

五氧化二磷的含量 %	储备液 S1 或 S'1 的加入体积 mL
<0.4	25
≥0.4~<1.0	10
≥1.0~<2.0	5
≥2.0	2 ^a

^a 可选择先移取 20 mL 储备液到 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度线,然后移取 10 mL 溶液,代替直接从储备液中移取 2 mL 溶液。

20.2.2 向容量瓶中加入 2~3 滴对硝基酚(2 g/L)使溶液显黄色,滴加硫酸(1+1)至黄色消失并过量 2~3 滴,加入 10 mL 钼酸铵(80 g/L),2 mL 抗坏血酸溶液(100 g/L),用水稀释至刻度线,放置在蒸气浴中加热 10 min,然后流水冷却,用 1 cm 吸收皿于分光光度计 830 nm 处测定其吸光度。

20.3 空白试验

移取一定量储备液 B1 或 B'1(见 8.2.2.4 或 8.3.2.4),按 20.2 步骤操作。

20.4 标准曲线的绘制

移取 0 mL(作为参比)、5 mL、15 mL、20 mL 和 25 mL 0.01 mg/mL P₂O₅ 标准溶液(0 mg~0.25 mg P₂O₅),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,以下按 20.2 操作,测定吸光度,绘制标准曲线。

20.5 计算

P₂O₅ 的质量分数,以%表示,根据式(19)计算结果:

$$w(P_2O_5) = \frac{m_s - m_b}{m \times V_1/V} \times 100 \quad \dots\dots\dots(19)$$

式中:

m_s——由储备溶液 S1 或 S'1 测得 P₂O₅ 的质量,单位为克(g);

m_b——由储备溶液 B1 或 B'1 测得 P₂O₅ 的质量,单位为克(g);

m——称样量,见 8.2.2.3.1 或 8.2.3.3,单位为克(g);

V₁——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)。

21 电感耦合等离子发射光谱法

21.1 电感耦合等离子发射光谱法测定溶液 S1 中残留二氧化硅含量

21.1.1 原理

利用电感耦合等离子发射光谱仪测定储备溶液 S1(见 8.2.2.3)中残留二氧化硅的发射强度。

21.1.2 试剂

系列 1 标准溶液:分别准确移取一定量 SiO₂ 标准溶液(0.08 mg/mL)到 100 mL 容量瓶中,再分别加入 10 mL 基体溶液 1,然后用水稀释到刻度线(见表 11)。

表 11 列出了一条标准曲线的配制方法,根据样品的组成成分、性质和仪器的性能,配制合适的标准溶液,绘制标准曲线。

表 11 系列 1 标准溶液

溶液编号	基体溶液 1 mL	移取 SiO ₂ 标准溶液的体积 mL	SiO ₂ 溶液浓度 mg/100 mL
1	10	0	0
2	10	5	0.4
3	10	10	0.8

表 11 (续)

溶液编号	基体溶液 1 mL	移取 SiO ₂ 标准溶液的体积 mL	SiO ₂ 溶液浓度 mg/100 mL
4	10	15	1.2
5	10	20	1.6
6	10	25	2.0

21.1.3 试验步骤

测定试样溶液 S1 中残留二氧化硅步骤如下:

移取 10 mL 试样溶液 S1 到 100 mL 容量瓶中,用水稀释到刻度线。将此溶液作为测定二氧化硅的稀释溶液,记为 S1d。

移取一定量 S1d 溶液到 ICP 发射光谱仪的氩气等离子炬中,在 251.611 nm 波长下,测定试样溶液的发射强度。

21.1.4 空白试验

空白溶液(B1)(见 8.2.2.4)按照步骤 21.1.3 操作。同样将空白溶液稀释,将此空白稀释溶液记为(B1d)。

21.1.5 标准曲线的绘制

按照步骤 21.1.3 测定系列 1 标准溶液的发射强度,根据发射强度与组成成分质量的关系,绘制标准曲线。

可使用标准曲线含量范围内的测试点绘制新的标准曲线。

21.1.6 计算

计算 SiO₂ 的质量分数,以 % 表示,根据式(20)计算结果:

$$w(\text{SiO}_2) = \frac{(m_1 - m_2) + (m_s - m_b) \times V/V_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(20)$$

式中:

m_1 ——由 8.2.2.3.3 测得的质量,单位为克(g);

m_2 ——由 8.2.2.4 测得的质量,单位为克(g);

m_s ——由 21.1.3 测得的试样稀释液 S1d 溶液中 SiO₂ 的质量,单位为克(g);

m_b ——由 21.1.3 测得的试样稀释液 B1d 溶液中 SiO₂ 的质量,单位为克(g);

V ——试液总体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——称样量(见 8.2.2.3.1),单位为克(g)。

21.2 ICP-AES 法测定二氧化硅、三氧化二铝、氧化铁、二氧化钛、氧化锰、氧化钙、三氧化二铬、氧化锆的含量

21.2.1 原理

利用电感耦合等离子体发射光谱仪测定试样溶液 S1、S' 或 S4(见 8.2.2.3、8.3.2.3 或 8.3.4.3)中二氧化

硅、三氧化二铝、氧化铁、二氧化钛、氧化锰、氧化钙、三氧化二铬、二氧化锆的发射强度。

21.2.2 试剂

21.2.2.1 混合标准溶液 1

SiO₂ 0.04 mg/mL, Al₂O₃ 0.04 mg/mL, Fe₂O₃ 0.04 mg/mL, TiO₂ 0.005 mg/mL, MnO 0.005 mg/mL, CaO 0.04 mg/mL, Cr₂O₃ 0.02 mg/mL, ZrO₂ 0.005 mg/mL。

分别移取 1 mg/mL 的标准溶液 SiO₂ (40 mL)、Al₂O₃ (40 mL)、Fe₂O₃ (40 mL)、TiO₂ (5 mL)、MnO (5 mL)、CaO (40 mL)、Cr₂O₃ (20 mL)、ZrO₂ (5 mL) 到 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度线。

21.2.2.2 基体溶液 2、2-1 和 2-2

按照 8.2.2.3、8.2.3.3、8.2.4.3 步骤,不加试样,不需加热溶剂或无水碳酸钠,将此溶液作为试样溶液 S1、S'1、S4 的基体溶液,记为 2、2-1、2-2。

21.2.2.3 内标溶液

移取 10 mL 1 mg/mL Y 或 Sc 标准溶液到 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度线。

21.2.2.4 系列 2 标准曲线

按照表 12 分别准确移取一定量混合标准溶液到一系列 100 mL 容量瓶中,再分别加入 10 mL 基体溶液 2、2-1 或 2-2,加入 5 mL 内标溶液,然后用水稀释到刻度线。

表 12 列出了一条典型标准曲线的组成,根据样品的组成、性质和仪器的使用情况配制相应的标准曲线。应配制与试样溶液浓度接近的标准曲线,更好地保证测量的准确度。

表 12 系列 2 标准曲线

溶液 编号	基体溶液 2、2-1 或 2-2 mL	内标溶液 mL	移取混合 标准溶液 的体积 mL	溶液浓度 mg/100 mL							
				SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	MnO	CaO	Cr ₂ O ₃	ZrO ₂
1	10	5	0	0.00	0.00	0.00	0.000	0.000	0.00	0.00	0.000
2	10	5	2	0.08	0.08	0.08	0.010	0.010	0.08	0.04	0.010
3	10	5	5	0.20	0.20	0.20	0.025	0.025	0.20	0.10	0.025
4	10	5	10	0.40	0.40	0.40	0.050	0.050	0.40	0.20	0.050
5	10	5	20	0.80	0.80	0.80	0.100	0.100	0.80	0.40	0.100
6	10	5	30	1.20	1.20	1.20	0.150	0.150	1.20	0.60	0.150
7	10	5	40	1.60	1.60	1.60	0.200	0.200	1.60	0.80	0.200
8	10	5	50	2.00	2.00	2.00	0.250	0.250	2.00	1.00	0.250

注:表中列出了一条典型标准曲线的组成,可根据样品的组成、性质和仪器的使用情况配制相应的标准曲线。

21.2.3 试验步骤

移取 10 mL 试样溶液 S1、S'1 或 S4 到 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 内标溶液,用水稀释到刻度线,

将此溶液作为测定试样的稀释溶液 S1dScY、S1'dScY 或 S4dScY。在适当波长下,用电感耦合等离子体发射光谱仪测试溶液 S1dScY、S1'dScY 或 S4dScY 的发射强度。表 13 列出了各元素对应的波长。

表 13 波长

成分	元素	波长 nm
SiO ₂	Si	251.611
Al ₂ O ₃	Al	396.152
Fe ₂ O ₃	Fe	259.940
TiO ₂	Ti	334.941
MnO	Mn	257.610
CaO	Ca	393.366
Cr ₂ O ₃	Cr	267.716
ZrO ₂	Zr	343.823
内标元素	Y	371.030
	Sc	361.383

21.2.4 空白试验

移取 10 mL 空白溶液 B1、B'1、B4 (见 8.2.2.4、8.3.2.4 或 8.3.4.4),按照步骤 21.2.3 操作,将此溶液作为空白的稀释溶液 B1dScY、B'1dScY 或 B4dScY。

21.2.5 标准曲线的绘制

测定系列 2 溶液的发射强度,根据发射强度与各组成成分质量(SiO₂、Al₂O₃、Fe₂O₃、CaO、MnO、ZrO₂、Cr₂O₃、TiO₂)的比例关系,绘制各组成成分的标准曲线。

21.2.6 计算

各组成成分(SiO₂、Al₂O₃、Fe₂O₃、CaO、MnO、ZrO₂、Cr₂O₃、TiO₂)的质量分数,记为 $w(M_x O_y)$,以%表示,根据式(21)计算结果:

$$w(M_x O_y) = \frac{m_s - m_b}{m \times V_1 / V} \times 100 \quad \dots\dots\dots(21)$$

式中:

m_s ——由 S1dScY、S1'dScY、S4dScY 稀释液测得的 $M_x O_y$ 质量,单位为克(g);

m_b ——由 B1dScY、B'1dScY 或 B4dScY 稀释液测得的 $M_x O_y$ 质量,单位为克(g);

m ——称样量(见 8.2.2.3.1、8.2.3.3、8.3.4.2),单位为克(g);

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)。

21.3 ICP-AES 法测定溶液 S4 中氧化钠、氧化钾的含量

21.3.1 原理

利用电感耦合等离子体发射光谱仪测定试样溶液 S4(见 8.3.4.3)中氧化钠、氧化钾的发射强度。

21.3.2 试剂

21.3.2.1 基体溶液 3

根据样品中氧化钙和氧化镁的含量,移取一定量的氧化钙、氧化镁用水稀释至 250 mL。

注:加入基体溶液的体积为实际体积的+5 mL,例如,当氧化钙和氧化镁的质量分数分别为 24%和 71%时,相应地加入基体溶液的体积为 25 mL 和 75 mL。

21.3.2.2 混合标准溶液 2 (Na₂O 0.05 mg/mL、K₂O 0.05 mg/mL)

分别移取 25 mL 浓度均为 1 mg/mL 的 Na₂O、K₂O 标准溶液到 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度线。

21.3.2.3 系列 3 溶液标准曲线

分别准确移取一定量混合标准溶液 2 到一系列 100 mL 容量瓶中,再分别加入 20 mL 基体溶液 3 和 5 mL 盐酸(1-1),然后用水稀释到刻度线。

表 14 列出了一条典型标准曲线的组成。

表 14 系列 3 标准曲线

溶液编号	基体溶液 3 mL	盐酸(1+1) mL	混合标准溶液 2 的体积 mL	溶液浓度 mg/100 mL	
				Na ₂ O	K ₂ O
1	20	5	0	0.00	0.00
2	20	5	2	0.10	0.10
3	20	5	5	0.25	0.25
4	20	5	10	0.50	0.50
5	20	5	20	1.00	1.00
6	20	5	30	1.50	1.50
7	20	5	40	2.00	2.00

21.3.3 试验步骤

在适当波长下,用电感耦合等离子发射光谱仪测试溶液 S4 的发射强度。

表 15 列出了各元素对应的波长。

表 15 波长

成分	元素	波长 nm
Na ₂ O	Na	588,995
K ₂ O	K	766,491

21.3.4 空白试验

按照步骤 21.3.3 测试空白溶液 B4(见 8.3.4.4)。

21.3.5 标准曲线的绘制

按照步骤 21.3.3 测定系列 3 溶液的发射强度,根据发射强度与各组成成分(Na_2O 、 K_2O)质量的比例关系,绘制各组成成分的校准曲线。

21.3.6 计算

各组成成分(Na_2O 、 K_2O)的质量分数,记为 $w(\text{M}_x\text{O}_y)$,以%表示,根据式(22)计算结果:

$$w(\text{M}_x\text{O}_y) = \frac{m_s - m_b}{m \times V_1/V} \times 100 \quad \dots\dots\dots(22)$$

式中:

m_s ——由 S4 溶液测得的 M_xO_y 质量,单位为克(g);

m_b ——由 B4 溶液测得的 M_xO_y 质量,单位为克(g);

m 称样量(见 8.3.4.3),单位为克(g);

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)。

21.4 ICP-AES 法测定五氧化二磷的含量

21.4.1 原理

利用电感耦合等离子体发射光谱仪测定溶液 S1dScY 或 S'1dScY(见 21.2.3)中五氧化二磷的发射强度。

21.4.2 试剂

21.4.2.1 基体溶液 4

根据样品中氧化钙和氧化镁的含量,移取一定量的氧化钙、氧化镁用水稀释至刻度线,见步骤 21.3.2.1。

21.4.2.2 Al_2O_3 标准溶液 1 mg/mL

配制方法见 5.3.1。

21.4.2.3 内标溶液

移取 10 mL 1 mg/mL Y 或 Sc 标准溶液到 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度线。

21.4.2.4 系列 4 标准曲线

分别准确移取一定量 P_2O_5 (0.04 mg/mL) 标准溶液到一系列 100 mL 容量瓶中,再分别加入 10 mL 基体溶液 4,加入 5 mL 内标溶液(3.4.2.3),5 mL 盐酸(1:1),然后用水稀释到刻度线。

表 16 列出了一条典型标准曲线的组成,根据样品的组成、性质和仪器的使用情况配制相应的标准曲线。

在系列 2 标准曲线中,可用 P_2O_5 标准溶液替代 ZrO_2 标准溶液。

表 16 系列 4 标准曲线

溶液编号	基体溶液 4 mL	Al ₂ O ₃ 标准溶液* (1 mg/mL) mL	内标溶液 mL	P ₂ O ₅ 标准溶液 体积 mL	溶液浓度
					mg/100 mL P ₂ O ₅
1	10	1	5	0	0,00
2	0	1	5	1	0,04
3	10	1	5	5	0,20
4	10	1	5	10	0,40
5	10	1	5	20	0,80
6	10	1	5	30	1,20

* 1 mL Al₂O₃标准溶液相当于 5% 的 Al₂O₃含量,以百分含量计。

21.4.3 试验步骤

在 213,620 nm 波长下,用电感耦合等离子发射光谱仪测定溶液 S1dScY 或 S1'dScY(21.2.3)的发射强度,如有必要,需测定内标溶液的发射强度。

21.4.4 空白试验

按照步骤 21.4.3 将测定空白溶液 B1dScY 或 B'1dScY(21.2.4)的发射强度。

21.4.5 标准曲线的绘制

按照步骤 21.4.3 测定系列 4 溶液的发射强度,根据发射强度与组成成分质量(P₂O₅)的比例关系,绘制标准曲线。

21.4.6 计算

P₂O₅的质量分数,记为 w(P₂O₅),以%表示,根据式(23)计算结果:

$$w(P_2O_5) = \frac{m_s - m_b}{m \times V_1 / V} \times 100 \quad \dots\dots\dots(23)$$

式中:

m_s——由 S1dScY 或 S1'dScY 溶液测得的 P₂O₅质量,单位为克(g);

m_b——由 B1dScY 或 B'1dScY 溶液测得的 P₂O₅质量,单位为克(g);

m ——称样量(见 8.2.2.3.1 或 8.2.3.3),单位为克(g);

V₁ ——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)。

22 火焰原子吸收分光光度法(FAAS)

22.1 FAAS 法测定氧化锰、氧化钙、三氧化二铬的含量

22.1.1 原理

利用火焰原子吸收分光光度计测定试样溶液 S1 或 S'1(见 8.2.2.3 或 8.2.3.3)中氧化锰、氧化钙、三

氧化二铬的吸光度。

22.1.2 试剂

22.1.2.1 基体溶液 2 和 2-1

按照 21.2.2.2 配制。

22.1.2.2 混合标准溶液 3(MnO 0.02 mg/mL、CaO 0.1 mg/mL、Cr₂O₃ 0.04 mg/mL)

分别移取 1 mg/mL 的标准溶液 MnO(10 mL)、CaO (50 mL)和 Cr₂O₃(20 mL)到 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度线。

22.1.2.3 镧标准溶液,La 1.0 mg/mL

称取 2 g 氧化镧在 110 °C + 5 °C 下干燥 60 min,放入干燥器冷却,称取 1.172 g 氧化镧放入 600 mL 烧杯中,加入 100 mL 盐酸(1+1)溶解,转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度线。

22.1.2.4 系列 5 标准曲线

分别准确移取一定量的混合标准溶液 3(22.1.2.2)到一组 100 mL 容量瓶中,再分别加入 10 mL 镧溶液(22.1.2.3),加入 20 mL 基体溶液(2 或 2-1),然后用水稀释到刻度线。

表 17 列出了一条典型标准曲线的组成,根据样品的组成、性质和仪器的使用情况配制相应的标准曲线。

表 17 系列 5 标准曲线

溶液编号	基体溶液 2 或 2-1 mL	La 标准溶液 mL	混合标准溶液 3 mL	溶液浓度 mg/100 mL		
				MnO	CaO	Cr ₂ O ₃
1	20	10	0	0.00	0.00	0.00
2	20	10	1	0.02	0.10	0.04
3	20	10	2	0.04	0.20	0.08
4	20	10	3	0.06	0.30	0.12
5	20	10	4	0.08	0.40	0.16
6	20	10	5	0.10	0.50	0.20
7	20	10	10	0.20	1.00	0.40
8	20	10	15	0.30	1.50	0.60
9	20	10	20	0.40	2.00	0.80
10	20	10	40	0.50	4.00	1.60

基体溶液 2 适用于储备液 S1,基体溶液 2-1 适用于储备液 S'1。

22.1.3 试验步骤

移取 20 mL 储备液 S1 或 S'1 到 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 镧溶液(22.1.2.3)用水稀释至刻度线,此溶液记为 S1dLa 或 S'1 dLa。用火焰原子吸收分光光度计测定溶液 S1dLa 或 S'1 dLa 的吸光度。

波长下见表 18。

表 18 波长

成分	元素	波长 nm
MnO	Mn	279.5
CaO	Ca	422.7
Cr ₂ O ₃	Cr	357.9

22.1.4 空白试验

按照步骤 22.1.3 处理空白溶液 B1 或 B'1(见 8.2.2.4 或 8.2.3.4),此溶液记为 B1dLa 或 B'1 dLa。

22.1.5 标准曲线的绘制

按照步骤 22.1.3 测定系列 5 溶液的吸光度,根据吸光度与元素质量(MnO、CaO、Cr₂O₃)的比例关系,绘制标准曲线。

22.1.6 计算

MnO、CaO、Cr₂O₃的质量分数,记为 $w(M_xO_y)$,以%表示,根据式(24)计算结果:

$$w(M_xO_y) = \frac{m_s - m_b}{m \times V_1/V} \times 100 \quad \dots\dots\dots(24)$$

式中:

- m_s ——由溶液 S1dLa 或 S'1 dLa 测得的 M_xO_y 质量,单位为克(g);
- m_b ——由溶液 B1dLa 或 B'1 dLa 测得的 M_xO_y 质量,单位为克(g);
- m ——称样量,见 8.2.2.3.1 或 8.2.3.3,单位为克(g);
- 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)。

22.2 FAAS 法测定溶液(S3)中氧化钙、氧化钾、氧化钠的含量

22.2.1 原理

试样经氢氟酸处理去除二氧化硅,利用火焰原子吸收分光光度计测定试样溶液中氧化钙、氧化钾、氧化钠的吸光度。

22.2.2 试剂

22.2.2.1 混合标准溶液 4(CaO 0.10 mg/mL、Na₂O 0.10 mg/mL、K₂O 0.10 mg/mL)

分别移取 50 mL 1 mg/mL 的标准溶液(CaO、Na₂O、K₂O)到 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度线。

22.2.2.2 系列 6 标准曲线

分别准确移取一定量的混合标准溶液 4(22.2.2.1)到一系列 100 mL 容量瓶中,再分别加入 10 mL 盐酸(1+1)、10 mL 镧溶液(22.1.2.3),加入含量接近的三氧化二铝标准溶液,然后用水稀释到刻度线。

表 19 列出了一条典型标准曲线的组成,根据样品的组成、性质和仪器的使用情况配制相应的标准曲线。

表 19 系列 6 标准曲线

溶液编号	盐酸(1 1) mL	La 标准溶液 mL	混合标准溶液 4 mL	溶液浓度 mg/100 mL		
				CaO	Na ₂ O	K ₂ O
1	5	10	0	0.0	0.0	0.0
2	5	10	2	0.2	0.2	0.2
3	5	10	4	0.4	0.4	0.4
4	5	10	6	0.6	0.6	0.6
5	5	10	8	0.8	0.8	0.8
6	5	10	10	1.0	1.0	1.0
7	5	10	20	2.0	2.0	2.0
8	5	10	30	3.0	3.0	3.0
9	5	10	40	4.0	4.0	4.0
10	5	10	50	5.0	5.0	5.0
11	5	10	60	6.0	6.0	6.0

22.2.3 试验步骤

用火焰原子吸收分光光度计测定溶液 S3(见 8.3.3.3)的吸光度,波长见表 20。

表 20 波长

成分	元素	波长 nm
CaO	Ca	422.7
K ₂ O	K	589.6
Na ₂ O	Na	766.5

当溶液 S3 的浓度超出标准曲线最高点浓度时,需要移取一定量溶液 S3,体积记为 x mL 到 100 mL 容量瓶中。

加入 $[5.0 - (5x/100)]$ mL 盐酸(1+1)和 $[10.0 - (10x/100)]$ mL 镧溶液(22.1.2.3),用水稀释至刻度线,测定此溶液的吸光度。

22.2.4 空白试验

按照步骤 22.2.3 处理空白溶液 B3(见 8.3.3.4)。

当溶液 S3 的浓度超出标准曲线最高点浓度时,需要将空白溶液也按照储备液的稀释方法进行稀释。

22.2.5 标准曲线的绘制

按照步骤 22.2.3 测定系列 5 溶液的吸光度,根据吸光度与 CaO、K₂O、Na₂O 质量分数的比例关系,绘制标准曲线。

22.2.6 计算

CaO、K₂O、Na₂O 的质量分数,记为 $w(M_x O_y)$,以%表示,根据式(25)计算:

$$w(M_x O_y) = \frac{m_s - m_b}{m \times V_1/V} \times 100 \quad \dots\dots\dots(25)$$

式中:

m_s 由溶液 S3 测得的 $M_x O_y$ 质量,单位为克(g);

m_b ——由溶液 B3 测得的 $M_x O_y$ 质量,单位为克(g);

m 称样量,见 8.2.2.3.1 或 8.2.3.3,单位为克(g);

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)。

注:如果使用全部溶液,则 $V = 100$ 。

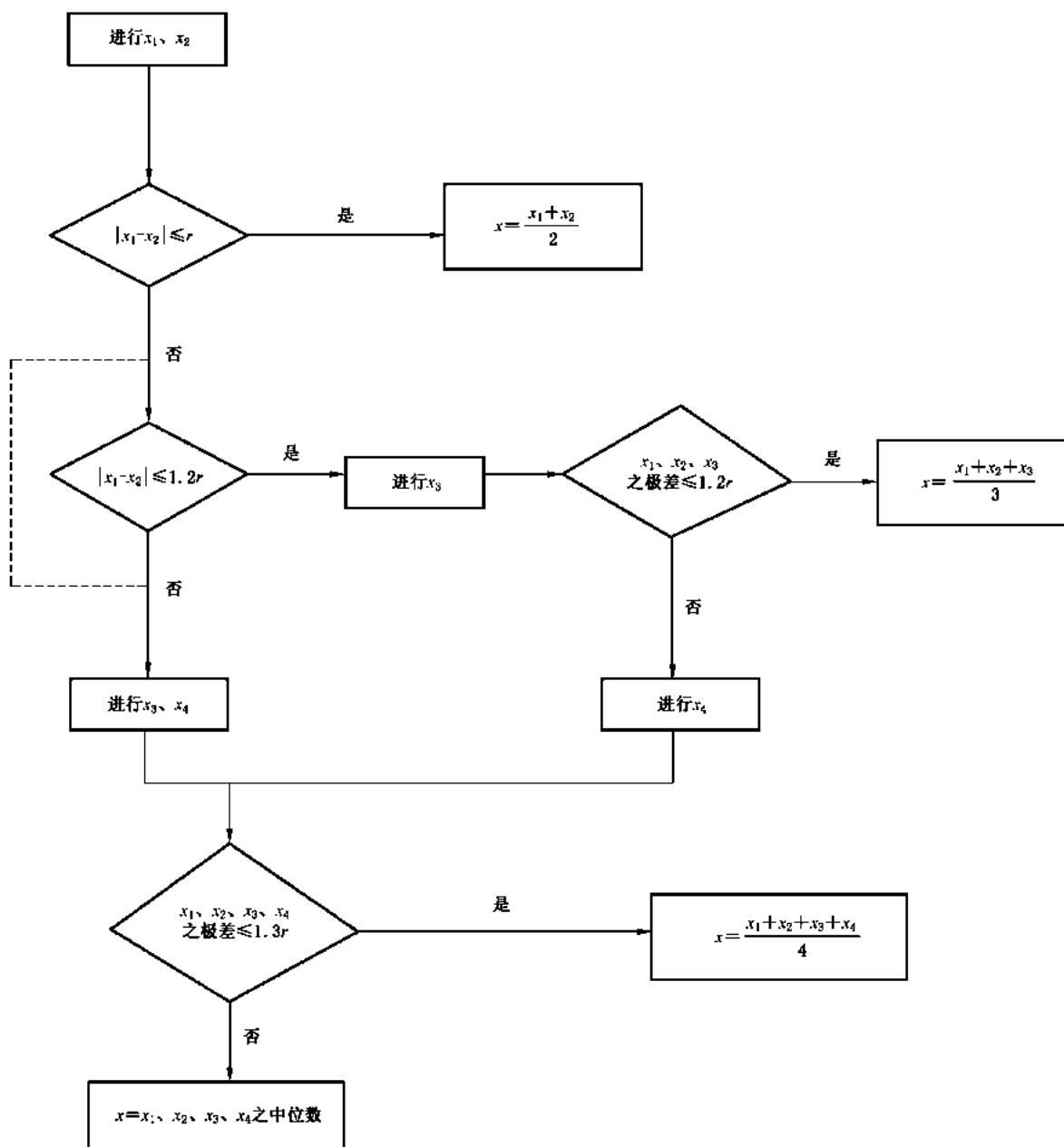
23 试验报告

试验报告应至少包括以下内容:

- 委托单位;
- 试样名称;
- 分析结果;
- 使用标准(GB/T 34332 2017);
- 与规定的分析步骤的差异(如有必要);
- 在试验中观察到的异常现象(如有必要);
- 试验日期。

附录 A
(规范性附录)
分析值验收程序

分析值验收程序如图 A.1 所示。



说明:

x_i —— 分析值;

r —— 允许差。

图 A.1 分析值验收程序

附录 B
(资料性附录)

本标准章条编号与 ISO 10058-1:2008、ISO 10058-2:2008、ISO 10058-3:2008 章条编号对照

本标准与 ISO 10058-1:2008、ISO 10058-2:2008、ISO 10058-3:2008 相比在结构上有较多调整,具体章条编号对照情况见表 B.1。

表 B.1 本标准与 ISO 10058-1:2008、ISO 10058-2:2008、ISO 10058-3:2008 的章条编号对照

本标准章条编号	对应的 ISO 章条编号
1	1(ISO 10058-1:2008)
2	2(ISO 10058-1:2008)
3	
4	4(ISO 10058 1:2008)
5	5(ISO 10058 1:2008)
6	6(ISO 10058 1:2008)
7	7(ISO 10058-1:2008)
8	8(ISO 10058-1:2008)
9	3(ISO 10058-2:2008)
10	4(ISO 10058-2:2008)
11	5(ISO 10058-2:2008)
12	6(ISO 10058-2:2008)
13	7(ISO 10058-2:2008)
14	8(ISO 10058 2:2008)
15	9(ISO 10058 2:2008)
16	10(ISO 10058 2:2008)
17	11(ISO 10058 2:2008)
18	12(ISO 10058-2:2008)
19	13(ISO 10058-2:2008)
20	14(ISO 10058-2:2008)
21	3(ISO 10058-3:2008)
22	4(ISO 10058-3:2008)
23	5(ISO 10058-3:2008)
附录 A	
附录 B	
附录 C	—

附录 C
(资料性附录)

本标准与 ISO 10058-1:2008、ISO 10058-2:2008、ISO 10058-3:2008 技术性差异及其原因

表 C.1 给出了本标准与 ISO 10058-1:2008、ISO 10058-2:2008、ISO 10058-3:2008 的技术性差异及其原因。

表 C.1 本标准与 ISO 10058-1:2008、ISO 10058-2:2008、ISO 10058-3:2008 的技术性差异及其原因

本标准的章条号	技术性差异	原因
1	修改了部分分析项目测定的含量范围	适应我国技术条件
2	关于规范性引用文件,本标准做了具有技术性差异的调整,以适应我国的技术条件,调整的情况集中反映在第 2 章“规范性引用文件”中,具体调整如下: 增加引用 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603、GB/T 6682、GB/T 8170; 用修改采用国际标准的 GB/T 32179—2015 代替 ISO 26845:2008; 删除 ISO 6353-1、ISO 10058-1、ISO 10058-3	适应我国技术条件
3	增加了通则,修改了部分分析项目分析值允许差	适应我国技术条件
8.2.2.3.2 8.2.2.3.3 8.2.3.3 8.3.2.3.1	扩大了试样分解过程所用容器及加热设备的种类,并做了相应注释	方便使用
8~20 9	确定和补充了测定方法中所使用试剂的浓度 更改了二氧化硅测定方法名称;将凝聚重量-钼蓝光度法更改为凝聚重量-解聚钼蓝光度法、将钼蓝光度法更改为解聚钼蓝光度法	方便使用 保持与国标测定方法名称的一致性
11.4	增加了三氧化二铁标准曲线绘制的点数,由三个点增加到五个点	适应我国技术条件
12.4	增加了二氧化钛标准曲线绘制的点数,由四个点增加到五个点	适应我国技术条件
21.2	增加了电感耦合等离子发射光谱法测定经氢氟酸除去二氧化硅溶液中低含量成分的方法	增加方法的实用性
附录	增加了附录 A 分析值验收程序; ——增加了附录 B 本标准与 ISO 10058-1:2008、ISO 10058-2:2008、ISO 10058-3:2008 的章节编号对照一览表; ——增加了附录 C 中本标准与 ISO 10058-1:2008、ISO 10058-2:2008、ISO 10058-3:2008 的技术性差异及其原因一览表; ——删除了原标准中的附录 A 储备溶液和空白溶液在 ISO 10058-1:2008 中对应的条款	方便使用

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
菱镁矿和白云石耐火制品化学分析方法
GB/T 34332 2017

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400 168 0010

2017年9月第一版

*

书号: 155066 · 1-57487

版权专有 侵权必究



GB/T 34332-2017