

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 34333—2017

---

## 耐火材料 电感耦合等离子体原子发射 光谱(ICP-AES)分析方法

Refractory products—Determination by inductively coupled plasma atomic  
emission spectrometry(ICP-AES)

2017-09-29 发布

2018-08-01 实施

---

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 目 次

前言 .....	III
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 仪器和设备 .....	2
4 试样制备 .....	2
5 通则 .....	2
6 标准溶液的配制 .....	3
7 基体溶液的配制 .....	5
8 原理 .....	6
9 仪器工作条件的优化 .....	6
10 分析结果的计算 .....	6
11 试验报告 .....	6
12 硅质材料的测定 .....	7
13 铝硅质材料的测定 .....	7
14 镁质材料的测定 .....	8
15 含铬质材料的测定 .....	9
16 含锆质材料的测定 .....	11
17 三氧化二硼的测定 .....	12
18 五氧化二磷的测定 .....	13
19 氧化钾和氧化钠的测定 .....	14
附录 A (规范性附录) 分析值验收程序 .....	16

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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委员会(SAC/TC 193)提出并归口。

本标准起草单位：中钢集团洛阳耐火材料研究院有限公司、浙江自立高温科技有限公司。

本标准主要起草人：王本辉、刘中山、曹海洁、杨金松、徐晓莹、韩丹、黄菲、宋雅楠、王晓利。

# 耐火材料 电感耦合等离子体原子发射 光谱(ICP-AES)分析方法

## 1 范围

本标准规定了耐火材料中次量及微量成分的电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)化学分析方法。

本标准适用于耐火材料中次量及微量成分的测定,其他相关材料也可采用本标准。

本标准分析项目如下:SiO<sub>2</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、TiO<sub>2</sub>、CaO、MgO、B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>、MnO、ZrO<sub>2</sub>、Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、K<sub>2</sub>O、Na<sub>2</sub>O。测定范围(质量分数)见表1。

表 1 测定范围

分析项目	含量范围(质量分数)/%	分析项目	含量范围(质量分数)/%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	≤10	MgO	≤10
CaO	≤10	MnO	≤10
TiO <sub>2</sub>	≤5	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	≤10
SiO <sub>2</sub>	≤10	ZrO <sub>2</sub>	≤10
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	≤15	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	≤10
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	≤15	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	≤10
Na <sub>2</sub> O	≤3	K <sub>2</sub> O	≤3

## 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 3043 棕刚玉化学分析方法
- GB/T 3044 白刚玉、铬刚玉 化学分析方法
- GB/T 4513.2 不定形耐火材料 第2部分:取样
- GB/T 4984 含锆耐火材料化学分析方法
- GB/T 5069 镁铝系耐火材料化学分析方法
- GB/T 5070 含铬耐火材料化学分析方法
- GB/T 6901 硅质耐火材料化学分析方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 10325 定形耐火制品验收抽样检验规则
- 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 17617 耐火原料和不定形耐火材料 取样

### 3 仪器和设备

#### 3.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪

连续或同时光谱,氩气纯度 99.999%,以提供稳定火焰。

#### 3.2 坩埚

用铂合金制成。

#### 3.3 熔样炉

能加热到试验所需温度,可以控温的电阻炉或高频感应炉。

#### 3.4 天平

分度值 0.1 mg。

#### 3.5 滴定管

符合 GB/T 12805 A 类。

#### 3.6 容量瓶

符合 GB/T 12806 A 类。

### 4 试样制备

#### 4.1 取样

按照 GB/T 10325、GB/T 17617 或 GB/T 4513.2 抽取实验室样品。

#### 4.2 试样制备

将实验室样品破碎至 6.7 mm 以下,按四分法缩分至约 100 g。

当合同另有取样约定或由于产品形式的限制,无法取得  $\geq 100$  g 的实验室样品时,按实际情况处理。

将缩分后的样品粉碎至 0.5 mm 以下,继续缩分,并加工成粒度小于 0.090 mm 的试样。

试样分析前应在 105 °C ~ 110 °C 干燥 2 h,置于干燥器中冷至室温。

### 5 通则

#### 5.1 一般规定

使用分析纯试剂,水为蒸馏水(或去离子水)。

#### 5.2 测定次数

在重复性条件下测定 2 次。

### 5.3 空白实验

在重复性条件下做空白实验。

### 5.4 试料量

称取约 0.10 g~0.50 g 试样,精确至 0.1 mg。

### 5.5 结果表述

所得结果应按 GB/T 8170 修约,保留 2 位小数;当含量 $\leq 0.10\%$ 时结果应保留 2 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。

### 5.6 分析结果的采用

当所得试样的 2 个有效分析值之差不大于相应材质化学分析标准中规定的试样分析值允许差时(见表 2),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 允许差

本标准材质	对应化学分析标准
硅质材料的测定	GB/T 6901 硅质耐火材料化学分析方法
铝硅质材质的测定	GB/T 3043 棕刚玉化学分析方法 GB/T 3044 白刚玉、铬刚玉 化学分析方法
镁质材料的测定	GB/T 5069 镁铝系耐火材料化学分析方法
含铬质材料的测定	GB/T 5070 含铬耐火材料化学分析方法
含锆材料的测定	GB/T 4984 含锆耐火材料化学分析方法

### 5.7 质量保证和控制

5.7.1 工作曲线应每次测试时用标准溶液校正。如果仪器更换部件或维修,应重新绘制工作曲线,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相应材质标准中规定的允许差的 0.7 倍时,应重新绘制工作曲线。

5.7.2 一般情况下,标准溶液应每 2 个月重新配制一次;如果 2 个月内温度变化超过 10 °C 时,应及时重新配制。重新配制后,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相应材质标准中规定的允许差的 0.7 倍时,则结果有效,否则无效。

5.7.3 分析允许差按化学湿法分析标准中规定。

## 6 标准溶液的配制

### 6.1 三氧化二铝标准溶液(含 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 1 mg/mL)

纯度大于 99.9% 的金属铝,用 HCl(1+4)溶解氧化层。然后分别用水、乙醇清洗,放置干燥器中干燥。称取干燥后的金属铝 0.529 2 g 置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL HCl(1+1),盖上玻璃盖,加热溶解。冷却后,转移至 1 000 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

## 6.2 氧化钙标准溶液(含 CaO 1 mg/mL)

基准物质  $\text{CaCO}_3$  预先在  $150\text{ }^\circ\text{C}$  烘干,烘干时间大于 1.5 h。称取烘干后的基准物质  $\text{CaCO}_3$  1.785 0 g 置于 250 mL 烧杯中,用 20 mL  $\text{HCl}(1+4)$  溶解,盖上玻璃盖,煮沸,使  $\text{CO}_2$  完全逸出。冷却后,转移至 1 000 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

## 6.3 三氧化二铁标准溶液(含 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 1 mg/mL)

基准物质  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  预先在  $600\text{ }^\circ\text{C}$  灼烧 30 min,然后在干燥器中冷却。准确称取 1.000 0 g  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  置于 250 mL 烧杯中,加 40 mL  $\text{HCl}(1+1)$ ,低温加热溶解,冷却后,转移至 1 000 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

## 6.4 氧化镁标准溶液(含 MgO 1 mg/mL)

基准物质  $\text{MgO}$  预先在  $950\text{ }^\circ\text{C}\sim 1\ 000\text{ }^\circ\text{C}$  灼烧 1 h,冷却到室温。称取 1.000 0 g  $\text{MgO}$  置于 250 mL 烧杯中,加 40 mL  $\text{HCl}(1+1)$ ,低温加热溶解,冷却后,转移至 1 000 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

## 6.5 氧化锰标准溶液(含 MnO 1 mg/mL)

用稀  $\text{HCl}(1+3)$  处理金属锰的氧化层,然后用水,乙醇清洗,干燥。准确称取 0.774 5 g 金属锰,置于 250 mL 烧杯中,用 40 mL  $\text{HNO}_3(1+1)$ ,加热溶解。冷却后,转移至 1 000 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

## 6.6 二氧化钛标准溶液(含 $\text{TiO}_2$ 1 mg/mL)

用稀  $\text{HCl}(1+3)$  溶解金属钛(纯度 $>99.9\%$ )的表面氧化层,随后用水和乙醇清洗,在干燥器中干燥。准确称取 0.599 4 g 金属钛置于铂金坩埚中,依次加入 40 mL  $\text{HF}$ (浓)、15 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4(1+1)$ 、2 mL  $\text{HNO}_3$ (浓)后,加热溶解。先低温加热溶解,后高温加热,直到有浓  $\text{H}_2\text{SO}_4$  烟雾出现。冷却后,转移至 1 000 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

## 6.7 二氧化硅标准溶液(含 $\text{SiO}_2$ 1 mg/mL)

将大约 1 g~1.5 g  $\text{SiO}_2$  置于铂金坩埚中,在  $600\text{ }^\circ\text{C}\pm 25\text{ }^\circ\text{C}$  灼烧 1 h,然后在干燥器中冷却。称取 1.000 0 g 灼烧后  $\text{SiO}_2$  置于铂金坩埚中,用 5 g 无水  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  高温熔融。然后用温水浸取,将浸取液冷却后转移至 1 000 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀,立即转移至塑料瓶中存储。

## 6.8 氧化铬标准溶液(含 $\text{Cr}_2\text{O}_3$ 1 mg/mL)

取 2 g~3 g 基准物质  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  在  $110\text{ }^\circ\text{C}$  温度下干燥,干燥时间不少于 2 h。然后称取干燥后的  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  1.935 0 g 置于 250 mL 烧杯中,用水溶解,转移至 1 000 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

## 6.9 氧化锆标准溶液(含 $\text{ZrO}_2$ 1 mg/mL)

将大约 0.3 g  $\text{ZrO}_2$ (纯度 $>99.9\%$ )置于铂金坩埚中,在  $1\ 150\text{ }^\circ\text{C}\pm 50\text{ }^\circ\text{C}$  温度下灼烧大约 30 min,干燥器中自然冷却。准确称取 0.200 0 g  $\text{ZrO}_2$  置于铂金坩埚中,加 4 g 无水  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,高温熔融。冷却后,于 200 mL 烧杯中,加 40 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4(1+9)$  浸取。冷却后,转移至 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

## 6.10 三氧化二钇标准溶液(含 $\text{Y}_2\text{O}_3$ 1 mg/mL)

将  $\text{Y}_2\text{O}_3$  预先在  $100\text{ }^\circ\text{C}\pm 5\text{ }^\circ\text{C}$  下烘干大约 1 h,冷却后,准确称取 1.000 0 g  $\text{Y}_2\text{O}_3$  于 100 mL 烧杯

中,加 10 mL HCl(1+1)溶解,然后转移至 1 000 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

#### 6.11 三氧化二硼标准溶液(含 $B_2O_3$ 1 mg/mL)

称取 2 g 硼酸倒入 100 mL 烧杯中,铺展开,放入烘箱中干燥 24 h。准确称取干燥后的硼酸 1.776 0 g 放入 200 mL 的塑料烧杯中,用约 100 mL 的水溶解,转移至 1 000 mL 的容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

#### 6.12 五氧化二磷标准溶液(含 $P_2O_5$ 1 mg/mL)

准确称取在 105 °C~110 °C 下干燥 1 h 后的磷酸二氢钾 1.917 5 g 置于 250 mL 烧杯中,加适量水溶解,转移至 1 000 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

#### 6.13 $SiO_2$ 、 $Al_2O_3$ 、 $Fe_2O_3$ 、 $TiO_2$ 、 $CaO$ 、 $MgO$ 、 $MnO$ 、 $B_2O_3$ 、 $Y_2O_3$ 、 $P_2O_5$ 、 $ZrO_2$ 、 $Cr_2O_3$ 标准溶液(0.1 mg/mL)

分别移取各标准溶液(1 mg/mL)50 mL,分别置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

#### 6.14 氧化钾标准溶液(含 $K_2O$ 1 mg/mL)

称取 0.791 5 g 预先在 450 °C~500 °C 灼烧 1.5 h 并于干燥器中冷却至室温的氯化钾(99.99%),置于 250 mL 烧杯中,加水溶解后,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,贮存于塑料瓶中。

#### 6.15 氧化钾标准溶液(含 $K_2O$ 0.1 mg/mL)

移取 50.00 mL 氧化钾标准溶液(6.14),置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,贮存于塑料瓶中。

#### 6.16 氧化钠标准溶液(含 $Na_2O$ 1 mg/mL)

称取 0.943 0 g 预先在 450 °C~500 °C 灼烧 1.5 h 并于干燥器中冷却至室温的氯化钠(99.99%),置于 250 mL 烧杯中,加水溶解后,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,贮存于塑料瓶中。

#### 6.17 氧化钠标准溶液(含 $Na_2O$ 0.1 mg/mL)

移取 50.00 mL 氧化钠标准溶液(6.16),置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,贮存于塑料瓶中。

#### 6.18 氧化钾-氧化钠混合标准溶液(含 $K_2O$ 10 $\mu$ g/mL, $Na_2O$ 5 $\mu$ g/mL)

移取 50.00 mL 氧化钾标准溶液(6.16)和 25.00 mL 氧化钠标准溶液(6.17),置于同一个 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。现配现用。

## 7 基体溶液的配制

### 7.1 基体溶液 $Al_2O_3$ (5 mg/mL)

纯度大于 99.9%的金属铝,用 HCl(1+4)溶解氧化层。然后用水,乙醇清洗,放置干燥器中干燥。称取干燥后的金属铝 2.646 0 g 置于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL HCl(1+1),盖上玻璃盖,加热溶解。冷却,转移至 1 000 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

### 7.2 基体溶液 $MgO$ (5 mg/mL)

基准物质  $MgO$  预先在 950 °C~1 000 °C 灼烧 1 h,冷却至室温。称取冷却后的  $MgO$  5.000 0 g 置



于 250 mL 烧杯中,加 40 mL HCl(1+1),低温加热溶解,冷却,转移至 1 000 mL 容量瓶中稀释至刻度,摇匀。

7.3 基体溶液 Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (5 mg/mL)

在 110 °C 温度下,干燥大约 10 g K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>,干燥时间不少于 2 h。然后称取干燥后的 K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 9.675 0 g 置于 250 mL 烧杯中,用水溶解,转移至 1 000 mL 容量瓶中稀释至刻度,摇匀。

7.4 基体溶液 ZrO<sub>2</sub> (5 mg/mL)

称取优级纯硝酸锆 17.421 2 g 于 250 mL 烧杯中,用水微热溶解,转移至 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

7.5 Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> + H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 混合熔剂 (3 : 1)(40 mg/mL)

称取优级纯 Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> + H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 混合熔剂 (3 : 1) 40 g 于 250 mL 烧杯中,用水微热溶解,转移至 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

8 原理

用酸溶法或碱熔法将试样制成溶液。采用电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法同时测定溶液中的成分。

9 仪器工作条件的优化

在 ICP-AES 光谱分析中,为了得到最佳分析性能,需要对各个工作参数进行优化,这些参数主要包括 RF 功率、雾化器压力和观测高度。由于这些参数与元素的物理化学性质有着复杂的关系,一般只能通过试验方法进行确定。

10 分析结果的计算

氧化物量用质量分数  $w(M_XO_Y)$  计,按式(1)计算:

$$w(M_XO_Y) = \frac{(c_x - c_0)V}{m \times 10^6} \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- $c_x$  ——标准曲线上查得被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );
- $c_0$  ——标准曲线上查得空白试验溶液中被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );
- $V$  ——测定试液的体积,单位为毫升(mL);
- $m$  ——试料量(或分取试料量),单位为克(g)。

11 试验报告

试验报告应至少包括以下内容:

- a) 委托单位;

- b) 试样名称;
- c) 分析结果;
- d) 使用标准;
- e) 与规定的分析步骤的差异(如有必要);
- f) 在试验中观察到的异常现象(如有必要);
- g) 试验日期。

## 12 硅质材料的测定

### 12.1 标准溶液的配制

配制  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{MnO}$  混合标准溶液;配制标准溶液的浓度:0.1 mg/mL;分别移取所需上述标准溶液的体积,按表 3 配制系列混合标准溶液。

表 3 混合标准溶液的配制

成分	体积/mL					
	0	5	10	15	20	30
CaO	0	5	10	15	20	30
$\text{Al}_2\text{O}_3$	0	5	10	15	20	30
MgO	0	2	5	10	15	20
MnO	0	2	5	10	15	20
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	0	5	10	15	20	30
$\text{TiO}_2$	0	2	5	10	15	20
$\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{H}_3\text{BO}_3$	50	50	50	50	50	50

### 12.2 测定

12.2.1 称取 0.2 g 试样(精确至 0.1 mg)于铂皿中,依次加入 3 mL  $\text{HNO}_3$ 、10 mL HF、5 mL  $\text{HClO}_4$  后加热溶解至  $\text{HClO}_4$  白烟冒尽,取下稍冷。然后加入 2 g 混合熔剂,高温熔融 10 min,取出冷却。

12.2.2 加入 20 mL  $\text{HCl}(1+1)$ ,加热溶解盐类后移入 200 mL 容量瓶中定容,摇匀待用,同时带一试剂空白。

12.2.3 在确定的优化工作条件下,测定混合标准溶液,绘制各元素的工作曲线。然后在同样条件下测定试样溶液及试剂空白。

## 13 铝硅质材料的测定

### 13.1 标准溶液的配制

为了避免混合标准溶液中各成分相互影响,分组配制。第一组: $\text{CaO}$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2$ ;第二组: $\text{SiO}_2$ 。配制标准溶液的浓度:0.1 mg/mL;基体溶液  $\text{Al}_2\text{O}_3$ :5 mg/mL; $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{H}_3\text{BO}_3$  混合熔剂(3:1)浓度:40 mg/mL。分别移取上述所需标准溶液和基体溶液的体积数于 200 mL 容量瓶中,按表 4 和表 5 配制混合标准溶液。

表 4 第一组混合标准溶液的配制

成分	体积/mL					
	0	2	5	10	15	20
CaO	0	2	5	10	15	20
MgO	0	2	5	10	15	20
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0	2	5	10	15	20
TiO <sub>2</sub>	0	5	10	20	30	40
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	38	38	38	38	38	38
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> + H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	50	50	50	50	50	50

表 5 第二组混合标准溶液的配制

成分	体积/mL					
	0	2	5	10	15	20
SiO <sub>2</sub>	0	2	5	10	15	20
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	38	38	38	38	38	38
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> + H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	50	50	50	50	50	50

## 13.2 测定

13.2.1 称取 0.2 g 试样(精确至 0.1 mg)于铂皿中,加 2 g 混合熔剂,搅匀,盖上坩埚盖,将其置于高温炉内,从低温开始逐渐升温至 1 000 ℃左右熔融,待试样熔融完全(约 5 min~30 min),旋转坩埚,使熔融物附着于坩埚内壁上,冷却。

13.2.2 将坩埚带盖置于盛有 20 mL~30 mL 沸水及 20 mL HCl(1+1)的烧杯中,低温加热至熔融物全部溶解,取下冷却。转移至 200 mL 容量瓶中,定容,摇匀,同时配制 1 份空白溶液。

13.2.3 在确定的优化工作条件下,测定混合标准溶液,绘制各元素的工作曲线。然后在同样条件下测定试样溶液及试剂空白。

## 14 镁质材料的测定

### 14.1 标准溶液的配制

为了避免混合标准溶液中各成分相互影响,分组配制。第一组:CaO、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、MnO、Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、TiO<sub>2</sub>;第二组:SiO<sub>2</sub>。配制标准溶液的浓度:0.1 mg/mL;基体溶液 MgO:5 mg/mL,Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> + H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 混合熔剂(3:1)浓度:40 mg/mL。分别移取上述所需标准溶液和基体溶液的体积数于 200 mL 容量瓶中,按表 6 和表 7 配制混合标准溶液。

表 6 第一组混合标准溶液的配制

成分	体积/mL					
	0	2	5	10	15	20
CaO	0	2	5	10	15	20
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0	2	5	10	15	20
MnO	0	2	5	10	15	20
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0	2	5	10	15	20
TiO <sub>2</sub>	0	2	5	10	15	20
MgO	36	36	36	36	36	36
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> + H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	50	50	50	50	50	50

表 7 第二组混合标准溶液的配制

成分	体积/mL					
	0	2	4	6	8	10
SiO <sub>2</sub>	0	2	4	6	8	10
MgO	36	36	36	36	36	36
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> + H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	50	50	50	50	50	50

## 14.2 测定

14.2.1 称取 0.2 g 试样(精确至 0.1 mg)于铂皿中,加 2 g 混合熔剂,搅匀,盖上坩埚盖,将其置于高温炉内,从低温开始逐渐升温至 1 000 ℃左右熔融,待试样熔融完全(约 5 min~30 min),旋转坩埚,使熔融物附着于坩埚内壁上,冷却。

14.2.2 将坩埚带盖置于盛有 20 mL~30 mL 沸水及 20 mL HCl(1+1)的烧杯中,低温加热至熔融物全部溶解,取下冷却。转移至 200 mL 容量瓶中,定容,摇匀,同时配制 1 份空白溶液。

14.2.3 在确定的优化工作条件下,测定混合标准溶液,绘制各元素的工作曲线。然后在同样条件下测定试样溶液及试剂空白。

## 15 含铬质材料的测定

### 15.1 镁铬质材料的测定

#### 15.1.1 标准溶液的配制

为了避免混合标准溶液中各成分相互影响,标准溶液分组配制。第一组:CaO、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、TiO<sub>2</sub>、Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>;第二组:SiO<sub>2</sub>。配制标准溶液的浓度:0.1 mg/mL;基体溶液 MgO 为:5 mg/mL;Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> + H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 混合熔剂(3:1)浓度:40 mg/mL。分别移取上述所需标准溶液和基体溶液的体积数于 200 mL 容量瓶中,按表 8 和表 9 配制混合标准溶液。

表 8 第一组混合标准溶液的配制

成分	体积/mL					
	0	2	5	10	15	20
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0	2	5	10	15	20
CaO	0	2	5	10	15	20
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0	5	10	20	30	40
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0	2	5	10	15	20
TiO <sub>2</sub>	0	2	5	10	15	20
MgO	28	28	28	28	28	28
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> + H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	50	50	50	50	50	50

表 9 第二组混合标准溶液的配制

成分	体积/mL					
	0	2	4	6	8	10
SiO <sub>2</sub>	0	2	4	6	8	10
MgO	28	28	28	28	28	28
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> + H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	50	50	50	50	50	50

### 15.1.2 测定

15.1.2.1 称取 0.2 g 试样,精确至 0.1 mg,于铂金坩埚中。加 2 g 混合熔剂,搅匀,盖上坩埚盖,将其置于高温炉内,从低温开始逐渐升温至 1 000 °C 左右熔融,待试样熔融完全(约 5 min~30 min),旋转坩埚,使熔融物附着于坩埚内壁上,冷却。

15.1.2.2 将坩埚带盖置于盛有 20 mL~30 mL 沸水及 20 mL HCl (1+1)的烧杯中,低温加热至熔融物全部溶解,取下冷却。转移至 200 mL 容量瓶中,定容,摇匀,同时配制 1 份空白溶液。

15.1.2.3 在确定的优化工作条件下,测定混合标准溶液,绘制各元素的工作曲线。然后在同样条件下测定试样溶液及试剂空白。

### 15.2 其他含铬质材料的测定

#### 15.2.1 标准溶液的配制

为了避免混合标准溶液中各成分相互影响,标准溶液分组配制。第一组:CaO、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、MgO、Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、TiO<sub>2</sub>、ZrO<sub>2</sub>;第二组:SiO<sub>2</sub>。配制标准溶液的浓度:0.1 mg/mL;基体溶液 Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:5 mg/mL;Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> + H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 混合熔剂(3:1)浓度:40 mg/mL。分别移取上述所需标准溶液和基体溶液的体积数于 200 mL 容量瓶中,按表 10 和表 11 配制混合标准溶液。

表 10 第一组混合标准溶液的配制

成分	体积/mL					
	0	2	5	10	15	20
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0	2	5	10	15	20
CaO	0	2	5	10	15	20
MgO	0	2	5	10	15	20
ZrO <sub>2</sub>	0	2	4	6	8	10
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0	2	5	10	15	20
TiO <sub>2</sub>	0	2	4	6	8	10
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	36	36	36	36	36	36
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> + H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	50	50	50	50	50	50

表 11 第二组混合标准溶液的配制

成分	体积/mL					
	0	2	4	6	8	10
SiO <sub>2</sub>	0	2	4	6	8	10
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	36	36	36	36	36	36
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> + H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	50	50	50	50	50	50

## 15.2.2 测定

15.2.2.1 称取 0.2 g 试样(精确至 0.1 mg)于铂金坩埚中,加 2 g 混合熔剂,搅匀,盖上坩埚盖,将其置于高温炉内,从低温开始逐渐升温至 1 000 ℃左右熔融,待试样熔融完全(约 5 min~30 min),旋转坩埚,使熔融物附着于坩埚内壁上,冷却。

15.2.2.2 将坩埚带盖置于盛有 20 mL~30 mL 沸水及 20 mL HCl (1+1)的烧杯中,低温加热至熔融物全部溶解,取下冷却。转移至 200 mL 容量瓶中,定容,摇匀,同时配制 1 份空白溶液。

15.2.2.3 在确定的优化工作条件下,测定混合标准溶液,绘制各元素的工作曲线。然后在同样条件下测定试样溶液及试剂空白。

## 16 含锆质材料的测定

### 16.1 标准溶液的配制

为了避免混合标准溶液中各成分相互影响,标准溶液分组配制。第一组:CaO、MgO、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、TiO<sub>2</sub>;第二组:SiO<sub>2</sub>;配制标准溶液的浓度:0.1 mg/mL;基体溶液 ZrO<sub>2</sub>:5 mg/mL,Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> + H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 混合熔剂(3:1)浓度:40 mg/mL。分别移取上述所需标准溶液和基体溶液的体积数于 200 mL 容量瓶中,按表 12 和表 13 配制系列混合标准溶液。

表 12 第一组混合标准溶液的配制

成分	体积/mL					
	0	2	4	6	8	10
CaO	0	2	4	6	8	10
MgO	0	2	4	6	8	10
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0	2	4	6	8	10
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0	2	5	10	15	20
TiO <sub>2</sub>	0	2	5	10	15	20
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0	5	10	20	30	40
ZrO <sub>2</sub>	38	38	38	38	38	38
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> + H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	50	50	50	50	50	50

表 13 第二组混合标准溶液的配制

成分	体积/mL					
	0	2	4	6	8	10
SiO <sub>2</sub>	0	2	4	6	8	10
ZrO <sub>2</sub>	38	38	38	38	38	38
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> + H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	50	50	50	50	50	50

## 16.2 测定

16.2.1 称取 0.2 g 试样(精确至 0.1 mg)于铂金坩埚中,加 2 g 混合熔剂,搅匀,盖上坩埚盖,将其置于高温炉内,从低温开始逐渐升温至 1 000 °C 左右熔融,待试样熔融完全(约 5 min~30 min),旋转坩埚,使熔融物附着于坩埚内壁上,冷却。

16.2.2 将坩埚带盖置于盛有 20 mL~30 mL 沸水及 20 mL HCl (1+1)的烧杯中,低温加热至熔融物全部溶解,取下冷却。转移至 200 mL 容量瓶中,定容,摇匀,同时配制 1 份空白溶液。

16.2.3 在确定的优化工作条件下,测定混合标准溶液,绘制各元素的工作曲线。然后在同样条件下测定试样溶液及试剂空白。

## 17 三氧化二硼的测定

### 17.1 试料量

根据试样中 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 质量分数的范围,按表 14 所示称取合适试料量,精确至 0.1 mg。

表 14 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 质量分数与称样量的关系

B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 含量(质量分数)/%	试料量/g
≤5	0.25
>5~≤15	0.10

## 17.2 标准溶液的配制

按表 15 移取体积数,分别移取 0.1 mg/mL  $B_2O_3$  标准工作溶液于 200 mL 容量瓶中,配制标准溶液。

表 15  $B_2O_3$  标准系列溶液

编 号	0	1	2	3	4	5
$B_2O_3$ /mL	0.00	5.00	10.00	20.00	30.00	40.00
$Na_2CO_3$ /g	2	2	2	2	2	2
HCl/mL	10	10	10	10	10	10

## 17.3 测定

17.3.1 称取适量试料量置于铂金坩锅中,加入 2 g 碳酸钠充分混合,盖上盖,放到马弗炉中熔融。在较低温度下熔样,对某些特定耐火材料,可在  $(1\ 000 \pm 25)^\circ\text{C}$  处理约 10 min。

17.3.2 取出坩锅冷却后,用水冲洗表面。将坩锅带盖子放入 250 mL 的烧杯中,盖上表面皿。加入 20 mL HCl(1+1)使熔融物溶解,充分洗涤坩锅及盖子。待溶液冷却后,转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度摇匀。

17.3.3 选定仪器检测  $B_2O_3$  的工作条件,建立校准曲线,测定溶液中硼含量。在测定样品前后都要进行空白溶液的分析以消除空白影响。在分析过程中,由于硼元素容易在进样系统的玻璃器件上形成记忆效应,因此,每次分析前都要冲洗干净。

## 17.4 计算

三氧化二硼量用质量分数  $\omega(B_2O_3)$  计,按式(2)计算:

$$\omega(B_2O_3) = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$m_1$ ——试液中  $B_2O_3$  的质量,单位为毫克(mg);

$m_2$ ——空白溶液中  $B_2O_3$  的质量,单位为毫克(mg);

$m$ ——试料量或分取试料量,单位为毫克(mg)。

## 18 五氧化二磷的测定

### 18.1 试料量

根据试样中  $P_2O_5$  质量分数的范围,按表 16 所示称取合适试料量,精确至 0.1 mg。

表 16  $P_2O_5$  质量分数与称样量的关系

$P_2O_5$ 含量(质量分数)/%	试料量/g
$\leq 5$	0.25
$> 5 \sim \leq 15$	0.10



## 18.2 样品处理

### 18.2.1 非含锆样品

称取适量试料量置于铂金坩埚中,加入 2 g 混合熔剂充分混合,盖好坩埚盖,将其置于高温炉内,从低温开始逐渐升温至 1 000 °C 左右熔融至透明。然后取出,旋转坩埚,使熔融物附着于坩埚内壁上,冷却。坩埚冷却后,用去离子水或蒸馏水冲洗表面。将坩埚带盖子放入 250 mL 的烧杯中,盖上表面皿。加入 30 mL 去离子水,10 mL 浓盐酸,低温加热至熔融物溶解,充分清洗坩埚及盖子。待溶液冷却后,转移至 200 mL 容量瓶中,定容,摇匀。

### 18.2.2 含锆样品

将试样置于盛有 2 g 无水碳酸钠的铂金坩埚中,混匀,盖上坩埚盖并稍留缝隙,在 950 °C~1 000 °C 熔融 10 min~20 min,取出,用水浸取,中速滤纸过滤,用水洗涤 5 次~6 次。待溶液冷却后,转移至 200 mL 容量瓶中,定容,摇匀。

## 18.3 标准溶液的配制

按表 17 移取体积数,分别移取 0.1 mg/mL  $P_2O_5$  标准工作溶液于 200 mL 容量瓶中,配制标准溶液。

表 17  $P_2O_5$  标准系列溶液

编 号	0	1	2	3	4	5
$P_2O_5$ /mL	0.00	5.00	10.00	20.00	30.00	40.00
$Na_2CO_3$ (或+ $H_3BO_3$ )/g	2	2	2	2	2	2
HCl/mL	10	10	10	10	10	10

## 18.4 测定

18.4.1 称取适量试料量置于铂金坩埚中,加入 2 g 碳酸钠或混合熔剂充分混合,盖上坩埚盖,放到马弗炉中灼烧。在较低温度下熔样,对某些特定耐火材料,可在(1 000±25)°C 处理约 10 min。

18.4.2 取出坩埚冷却后,用水冲洗表面。将坩埚带盖子放入 250 mL 的烧杯中,盖上表面皿。加入 20 mL 盐酸使熔融物溶解,充分洗涤坩埚及盖子。待溶液冷却后,转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度摇匀。

18.4.3 选定仪器检测  $P_2O_5$  的工作条件,建立校准曲线,测定溶液中磷含量。在测定样品前后都要进行空白溶液的分析以消除空白影响。在分析过程中,由于磷元素容易在进样系统的玻璃器件上形成记忆效应,因此,每次分析前都要冲洗干净。

## 18.5 计算

五氧化二磷量用质量分数  $w(P_2O_5)$  计,数值以 % 表示,按式(2)计算。

## 19 氧化钾和氧化钠的测定

### 19.1 试料量

称取约 0.10 g 试样,精确至 0.1 mg。

## 19.2 标准溶液的配制

移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、12.00 mL、16.00 mL、20.00 mL 氧化钾-氧化钠混合标准溶液(6.18), 置于一组 100 mL 容量瓶中, 加 2 mL 硝酸, 用水稀释至刻度, 摇匀。

## 19.3 测定

19.3.1 将试料置于铂皿中, 用少量水湿润, 加入 10 mL 氢氟酸、2 mL 高氯酸, 加热分解至冒尽高氯酸白烟, 取下, 稍冷, 用水冲洗铂皿壁, 加入 2 mL 高氯酸, 继续加热至冒尽高氯酸白烟, 取下, 冷却。

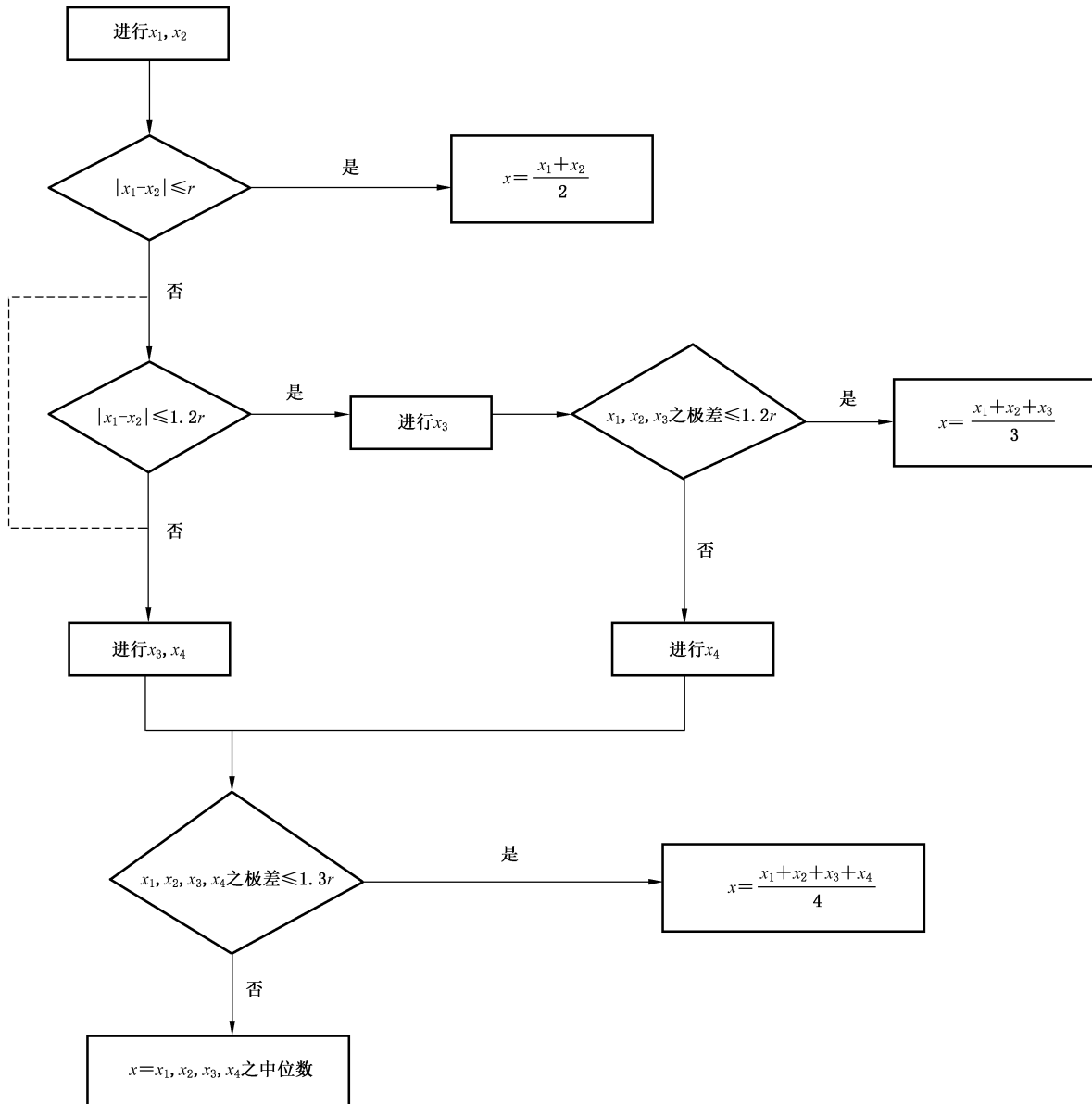
19.3.2 加入 4 mL 硝酸(1+1)、10 mL 水, 低温加热至盐类溶解, 取下, 冷却。移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 澄清。

19.3.3 移取 10.00 mL 试液(19.3.2), 置于 100 mL 容量瓶中, 加入 3.6 mL 硝酸(1+1)、用水稀释至刻度, 摇匀。

19.3.4 在确定的优化工作条件下, 测定钾钠混合标准溶液, 绘制各元素的工作曲线。然后在同样条件下测定试样溶液及试剂空白。

附录 A  
(规范性附录)  
分析值验收程序

分析值验收流程见图 A.1。



说明：  
 $x_i$  ——分析值；  
 $r$  ——允许差。

图 A.1 分析值验收流程图