



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 32177—2015

---

## 耐火材料中 $B_2O_3$ 的测定

**Determination of boron oxide in refractory materials**

(ISO 20178-1:2008, Determination of boron oxide in refractory products—  
Part 1: Determination of total boron oxide in oxidic materials for ceramics,  
glass and glazes,

ISO 21078-2:2006, Determination of boron oxide in refractory products—  
Part 2: Acid extraction method of determination of boron oxide  
in binder, MOD)

2015-12-10 发布

2017-01-01 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 .....	1
4 试样制备 .....	1
5 通则 .....	2
6 耐火材料中 $B_2O_3$ 的测定(碱滴定法) .....	3
7 耐火材料中 $B_2O_3$ 的测定(电感耦合等离子发射光谱法) .....	4
8 耐火材料中 $B_2O_3$ 的测定(姜黄素分光光度法) .....	5
9 耐火材料中 $B_2O_3$ 的测定(亚甲胺-H 酸分光光度法) .....	6
10 耐火材料中结合剂中 $B_2O_3$ 的测定 .....	8
11 试验报告 .....	9
附录 A (规范性附录) 分析值验收程序 .....	10
附录 B (资料性附录) 本标准章条编号与 ISO 21078 章条编号对照 .....	11
附录 C (资料性附录) 本标准与 ISO 21078 技术性差异及其原因 .....	12

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准是使用重新起草法修改采用 ISO 21078-1:2008《耐火材料中氧化硼的测定 第 1 部分:陶瓷、玻璃、釉料用氧化物中总三氧化二硼的测定》和 ISO 21078-2:2006《耐火材料中氧化硼的测定 第 2 部分:酸浸取法测定硼类结合剂中三氧化二硼》。

本标准与 ISO 21078-1:2008 和 ISO 21078-2:2006 相比在结构上有较多调整,附录 B 中列出了本标准与 ISO 21078-1:2008 和 ISO 21078-2:2006 的章节编号对照一览表。

本标准与 ISO 21078-1:2008 和 ISO 21078-2:2006 相比存在技术性差异,这些差异涉及的条款已通过在外侧页边空白位置的垂直线( | )进行了标示。附录 C 中列出了本标准与 ISO 21078-1:2008 和 ISO 21078-2:2006 的技术性差异及其原因一览表。

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 8170;
- 增加引用 GB/T 10325;
- 增加引用 GB/T 17617;
- 删除 ISO 31-0;
- 删除 ISO 836;
- 删除 ISO 3310-1;
- 删除 ISO 3696;
- 删除 ISO 6353-2;
- 删除 ISO 6353-3。

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:中钢集团洛阳耐火材料研究院有限公司、中冶焦耐(大连)工程技术有限公司、北京利尔高温材料股份有限公司。

本标准主要起草人:曹海洁、翟晓东、刘丽、梁献雷、徐晓莹、颜野、赵伟、王本辉、章艺、王燕妮。

## 耐火材料中 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的测定

### 1 范围

本标准规定了耐火材料中总 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 质量分数的测定方法。本标准适用于耐火材料总 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的测定，陶瓷、玻璃、釉料等其他材料中总 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 也可参照本标准进行测定。不同检测方法适用的含量范围见表 1。

表 1 检测方法适用范围

测定方法	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 范围(质量分数)/%
碱滴定法	≥0.5
电感耦合等离子发射光谱法	≥0.01~≤15
姜黄素分光光度法	≥0.01~≤1.0
亚甲胺-H 酸分光光度法	≥0.01~≤2.5

### 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 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 10325—2012, ISO 5022-1979, NEQ)

GB/T 17617 耐火原料和不定形耐火材料 取样(GB/T 17617—1998, ISO 8656-1:1988, NEQ)

### 3 仪器

3.1 坩埚(可熔氢氧化钠的材质,如刚玉、镍)。

3.2 本生灯。

3.3 pH 计:玻璃电极,精确至 0.01 单位。

3.4 铂金坩埚。

3.5 铂金皿。

注:通过加入氢氟酸和少量的硫酸并在炉盘上加热蒸干,然后用水彻底清洗并烘干。

3.6 马弗炉:能够控制温度在 600 ℃~1 050 ℃。

3.7 分光光度计。

3.8 电感耦合等离子发射光谱仪:具备 B 元素光谱分析。

### 4 试样制备

#### 4.1 采样

按 GB/T 10325 和 GB/T 17617 采集实验室样品。

## 4.2 制备

- 4.2.1 将实验室样品破碎至 6.7 mm 以下,按四分法缩分至约 100 g。
- 4.2.2 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,可以例外。
- 4.2.3 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。
- 4.2.4 试样分析前应在 105 ℃~110 ℃干燥 2 h,置于干燥器中冷至室温。

## 5 通则

### 5.1 一般规定

分析时,使用分析纯试剂和纯水。

### 5.2 测定次数

在重复性条件下测定 2 次。

### 5.3 空白试验

在重复性条件下做空白试验。

### 5.4 结果表述

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

### 5.5 分析结果的采用

当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 允许差

含量范围(质量分数)/%	$\leq 0.5$	$> 0.5 \sim \leq 5$	$> 5 \sim \leq 10$	$\geq 10$
允许差	0.05	0.1	0.2	0.25
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。				

### 5.6 质量保证和控制

5.6.1 工作曲线应定期(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所规定允许差的 0.7 倍时,应重新绘制工作曲线。

5.6.2 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 ℃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所规定允许差的 0.7 倍时,则标定结果有效,否则无效。

5.6.3 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所规定允许差的 0.7 倍时,则试样分析值有效,否则无效。

5.6.4 做重复性试验。做空白试验然后从结果中扣除空白。

## 6 耐火材料中 $B_2O_3$ 的测定(碱滴定法)

### 6.1 原理

试样用氢氧化钠在 600 °C 熔融,用水浸取,加入碳酸钙中和游离酸,滴加氢氧化钠,用 pH 计调节至 pH 值为 6.5,加入甘露醇后用氢氧化钠标准溶液滴定至溶液的 pH 值为 6.8 即为终点。

### 6.2 试剂

6.2.1 氢氧化钠。

6.2.2 盐酸。

6.2.3 盐酸,1+1。

6.2.4 碳酸钙。

6.2.5 溴甲酚紫(1 g/L)。

6.2.6 甘露醇。

6.2.7 三氧化二硼标准溶液(含  $B_2O_3$  1.0 mg/mL):称取 2 g 硼酸倒入 100 mL 烧杯中,铺展开,在干燥器中干燥 24 h。准确称取干燥后的硼酸 1.776 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 的容量瓶中稀释定容。

6.2.8 氢氧化钠标准溶液:称取 50 g 氢氧化钠放入塑料瓶中,加入 50 mL 水溶解,冷却,加盖放置几天后,移取上层清液 4.0 mL 稀释定容至 2 000 mL 的容量瓶中。

6.2.9 标定。移取 10 mL 三氧化二硼标准溶液(6.2.7),放入 200 mL 的烧杯中,加水稀释约 100 mL,用磁力搅拌器搅拌溶液,把 pH 计放入此溶液中,然后用氢氧化钠标准溶液(6.2.8)滴定至 pH 值为 6.5,加入 10 g 甘露醇调节 pH 值,继续用氢氧化钠标准溶液(6.2.8)滴定至溶液的 pH 值为 6.8。计算换算系数  $K$ ,1 mL 氢氧化钠标准溶液相对三氧化二硼的克数,换算式见式(1):

$$K = \frac{0.01}{V} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$V$ ——加入甘露醇后所消耗的氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

### 6.3 试料量

根据试样中  $B_2O_3$  质量分数的范围,按照表 3 所示称取合适试料量,精确至 0.1 mg。

表 3  $B_2O_3$  质量分数与称样量的关系

$B_2O_3$ 含量(质量分数)/%	试料量/g
>0.5~≤5	1.0
>5~≤15	0.5
>15	0.25

### 6.4 测定

6.4.1 称取 1 g~2 g 氢氧化钠(6.2.1)到坩埚中,放入大约 600 °C 的炉子中 10 min,取出、冷却后加入所称试料,再加入 1 g~2 g 氢氧化钠(6.2.1),放入大约 600 °C 的炉子中熔解 30 min,直到样品清亮,摇匀,冷却,置于 250 mL 的烧杯中用水浸取,直到熔块浸取完全,用水洗出坩埚,控制溶液体积约为 100 mL。

6.4.2 往烧杯中加入 2 滴溴甲酚紫指示剂(6.2.5),用盐酸(6.2.3)调节酸度,使溶液颜色由紫色变为黄色,过加 2 mL,继续加热沸腾 1 min~2 min,取下烧杯稍冷,加入 1.5 g 碳酸钙(6.2.4),再次煮沸,冷却后用定量滤纸过滤,用热水洗涤沉淀 8 次,滤液用 250 mL 烧杯承接,此为主液。

6.4.3 沉淀用盐酸(6.2.3)溶解,重复进行 6.4.2 步骤。

6.4.4 将 6.4.3 所得滤液合并到主液得到测试滤液,用氢氧化钠标准溶液(6.2.8)调节测试滤液的 pH 值为 6.5,不计消耗氢氧化钠体积。加入 20 g 甘露醇(6.2.6)搅拌溶解,然后用氢氧化钠标准溶液(6.2.8)滴定,当溶液的 pH 值变为 6.8 即为终点,记下所消耗的氢氧化钠标准溶液(6.2.8)的体积。

## 6.5 计算

三氧化二硼量用质量分数  $w(B_2O_3)$  计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w(B_2O_3) = \frac{(V_1 - V_2) \times K}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$V_1$ ——加入甘露醇后消耗的氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——空白试验中加入甘露醇后消耗的氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$K$ ——1 mL 氢氧化钠标准溶液换算成  $B_2O_3$  的克数,单位为克每毫升(g/mL);

$m$ ——试料量,单位为克(g)。

## 7 耐火材料中 $B_2O_3$ 的测定(电感耦合等离子发射光谱法)

### 7.1 原理

试样用碳酸钠在 1 000 °C 熔融,盐酸浸取,稀释后将溶液雾化引入电感耦合等离子体炬内,测定硼元素分析谱线处的强度值,根据建立的标准曲线,计算出试料溶液中各元素的浓度,从而计算得到试料中硼的质量分数。

### 7.2 试剂

7.2.1 碳酸钠。

7.2.2 盐酸。

7.2.3 盐酸,1+1。

7.2.4 三氧化二硼标准溶液(含  $B_2O_3$  1.0 mg/mL):同 6.2.7。

7.2.5 三氧化二硼标准溶液(含  $B_2O_3$  0.1 mg/mL):移取 50 mL 三氧化二硼溶液(7.2.4),置于 500 mL 容量瓶,用水稀释至刻度混匀。

7.2.6 空白溶液:称取 25 g 碳酸钠(7.2.1)放入聚乙烯烧杯中,加入适量水溶解,加 30 mL 盐酸(7.2.3)反应,冷却转入 500 mL 的容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

### 7.3 试料量

根据试样中  $B_2O_3$  质量分数的范围,按照表 4 所示称取合适试料量,精确至 0.1 mg。

表 4  $B_2O_3$  质量分数与称样量的关系

$B_2O_3$ 含量(质量分数)/%	试料量/g
$\leq 5$	0.25
$> 5 \sim \leq 15$	0.10

## 7.4 标准曲线的绘制

7.4.1 标准溶液系列。准确移取 0 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL、30.00 mL、40.00 mL、50.00 mL B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 标准溶液(7.2.5)置于 100 mL 容量瓶中,加入 20 mL 空白溶液(7.2.6),加入盐酸(7.2.3)10 mL,用水稀释至刻度摇匀,塑料瓶中储存。

7.4.2 标准曲线。把标准溶液系列依次雾化后引入电感耦合等离子体炬内,根据标准溶液系列中各被测元素分析线处的强度值和相应的浓度绘制标准曲线。线性相关系数应大于 0.999。

## 7.5 测定

7.5.1 称取试料置于铂金坩埚,加入 2.5 g 碳酸钠(7.2.1)充分混合,盖上盖,放到低温本生灯火焰上或马弗炉中灼烧。尽快在较低温度下熔样,对某些特定耐火材料,可在(1 000±25)℃处理约 10 min。

7.5.2 取出坩埚冷却后,用水冲洗表面。将坩埚及盖子放入 250 mL 的烧杯中,盖上表面皿。加入 20 mL 盐酸(7.2.3)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。

7.5.3 选定仪器检测 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 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。

## 7.6 计算

三氧化二硼量用质量分数  $w(\text{B}_2\text{O}_3)$  计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w(\text{B}_2\text{O}_3) = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

$m_1$ ——试液中 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的质量,单位为毫克(mg);

$m_2$ ——空白溶液中 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的质量,单位毫克(mg);

$m$ ——试料量或分取试料量,单位为毫克(mg)。

## 8 耐火材料中 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的测定(姜黄素分光光度法)

### 8.1 原理

试样用碳酸钠熔融,盐酸浸取,在浓硫酸-冰醋酸介质中,中性姜黄素分子生成质子型姜黄素,质子型姜黄素与硼生成紫红色络合物,于分光光度计波长 555 nm 处测量其吸光度。

### 8.2 试剂

8.2.1 碳酸钠。

8.2.2 盐酸,1+1。

8.2.3 硫酸,1+1。

8.2.4 硫酸,1+5。

8.2.5 乙醇,3+1。

8.2.6 姜黄素醋酸溶液:称取 0.15 g 姜黄素放入 200 mL 的石英烧杯中,加入 100 mL 醋酸并加热溶解。有效期一周。

8.2.7 三氧化二硼标准溶液(含 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0.01 mg/mL):移取 10 mL 三氧化二硼标准溶液(6.2.7)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。



8.2.8 三氧化二硼标准溶液(含  $B_2O_3$   $0.5 \mu\text{g/mL}$ ):移取 5 mL 三氧化二硼标准溶液(8.2.7)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

8.3 试料量

称取 0.20 g 试样,精确至 0.1 mg。

8.4 测定

8.4.1 称取试料置于铂皿中,加 4 g 无水碳酸钠(8.2.1),在炉中缓慢加热,逐步升温,在 1 000 °C 熔融 10 min。取出铂皿,冷却,加入 50 mL 水和 20 mL 硫酸(8.2.4),盖上盖,放入水浴 85 °C~90 °C 中加热,间歇搅拌至完全溶解。冷却,取下盖,用少量水冲洗,将溶液转入 500 mL 塑料容量瓶中,定容,摇匀。如果溶液浑浊,干过滤。

8.4.2 根据表 5 按  $B_2O_3$  含量的范围,分取一定体积的溶液(8.4.1)至铂皿中,加入 1 mL 硫酸(8.2.3),在低温电炉上缓慢蒸干,当有硫酸白烟冒出时,用水冷却铂皿 1 min,迅速加入 1 mL 姜黄素醋酸溶液(8.2.6),盖上盖,在 55 °C~58 °C 水浴中保温 60 min,再加入 20 mL 乙醇溶液(8.2.5)在不断搅拌下放置 30 min,直至完全溶解至颜色均匀。

表 5  $B_2O_3$  含量与分取量的关系

$B_2O_3$ 含量(质量分数)/%	分取量/mL
<0.1	25
>0.1~<0.2	10
>0.2~<0.5	5
>0.5~<1.0	2

8.4.3 于分光光度计波长 555 nm 处,在 10 min 内用 10 mm 比色皿测其吸光值。

8.5 标准曲线的绘制

准确移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 和 10.00 mL  $B_2O_3$  标准溶液(8.2.8)放入铂皿中,以下按 8.4.2 步骤操作。绘制标准曲线。

8.6 计算

三氧化二硼量用质量分数  $w(B_2O_3)$  计,数值以 % 表示,按式(4)计算:

$$w(B_2O_3) = \frac{m_1 - m_2}{m} \times \frac{500}{V} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- $m_1$ ——分取试料量中  $B_2O_3$  的质量,单位为克(g);
- $m_2$ ——分取空白溶液中  $B_2O_3$  的质量,单位为克(g);
- $m$ ——试料量,单位为克(g);
- $V$ ——8.4.2 中分取的体积,单位为毫升(mL)。

9 耐火材料中  $B_2O_3$  的测定(亚甲胺-H 酸分光光度法)

9.1 原理

试样经氢氧化钠在 600 °C 的炉子中熔融分解,冷却,用水浸取,调节溶液的 pH 值为 5.2,加入亚甲

胺-H 酸形成黄色络合物,于分光光度计在波长 415 nm 处测量吸光度。

## 9.2 试剂

9.2.1 氢氧化钠。

9.2.2 盐酸,1+1。

9.2.3 硼酸。

9.2.4 三氧化二硼标准溶液(含  $B_2O_3$  1.0 mg/mL):同 6.2.7。

9.2.5 三氧化二硼标准溶液(含  $B_2O_3$  0.1 mg/mL):移取 10 mL 三氧化二硼标准溶液(9.2.4)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

9.2.6 三氧化二硼标准溶液(含  $B_2O_3$  0.01 mg/mL):移取 10 mL 三氧化二硼标准溶液(9.2.5)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

9.2.7 L(+)-抗坏血酸。

9.2.8 亚甲胺-H 酸:称取 1.0 g 亚甲胺-H 酸和 3.0 g L(+)-抗坏血酸,于 100 mL 的烧杯中,用 100 mL 水溶解,移至塑料瓶中,冰箱中保存,有效期一周。

9.2.9 醋酸铵。

9.2.10 醋酸。

9.2.11 缓冲溶液:称取 20 g 醋酸铵,用 450 mL 水和 50 mL 醋酸混合液溶解,塑料瓶中存贮。

9.2.12 氨水。

9.2.13 氨水,1+6。

9.2.14 乙二胺四乙酸二钠。

9.2.15 一水柠檬酸。

9.2.16 络合液:称取 37.2 g 乙二胺四乙酸二钠和 5 g 一水柠檬酸,置于烧杯中,加入 300 mL 水溶解,用氨水(9.2.13)调节至溶液清亮,继续加入,用 pH 计调节至溶液的 pH 值为 5,移入 500 mL 的容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

9.2.17 五甲氧基红。

9.2.18 乙醇。

9.2.19 指示剂:用 50 mL 乙醇溶解 50 mg 五甲氧基红,指示剂变色范围为 pH 值 2~3。

9.2.20 氯化钠溶液(241.7 g/L)。

## 9.3 试料量

称取 0.50 g 试样,精确至 0.1 mg。

## 9.4 测定

9.4.1 称取 1 g~2 g 氢氧化钠(9.2.1),放入大约 600 °C 的炉子中 10 min,取出,冷却后加入所称试料,再加入 1 g~2 g 氢氧化钠(9.2.1),放入大约 600 °C 的炉子中熔解 30 min 直到样品清亮,摇匀,冷却,置于 250 mL 的烧杯中用水浸取,直到熔块浸取完全,冷却将溶液转移至 100 mL 的塑料容量瓶,加入 25 mL 盐酸(9.2.2),冷却用水稀释至刻度摇匀。若溶液出现硅沉淀,分析前过滤除去沉淀。

9.4.2 根据样品中  $B_2O_3$  质量分数,按表 6 规定分取一定体积溶液,加入相应体积氯化钠溶液(9.2.20)置于 50 mL 的塑料容量瓶中。

表 6 分取量及氯化钠加入量

B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 质量分数/%	分取试液的体积/mL	氯化钠溶液(6.4.2.20)/mL
2.5~0.5	2	5.5
0.6~0.11	5	4.8
0.12~0.01	25	0

9.4.3 加入 5 mL 络合液(9.2.16),两滴指示剂(9.2.19),用氨水(9.2.13)中和至指示剂颜色消失,然后加入 5 mL 缓冲溶液(9.2.11)和 5 mL 亚甲胺-H 酸(9.2.8),用水稀释至刻度。在暗处放置 4 h 后用 10 mm 的比色皿,于分光光度计波长 415 nm 处,以水为空白参比溶液,测量其吸光度。

### 9.5 标准曲线的绘制

准确移取 0 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL 和 20.00 mL B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 标准溶液(9.2.6)放入 50 mL 的塑料容量瓶中。加入 6 mL 氯化钠溶液(9.2.20)、5 mL 络合液(9.2.16)、5 mL 缓冲溶液(9.2.11)和 5 mL 亚甲胺-H 酸(9.2.8),用水稀释至刻度摇匀。将上述溶液在暗处放置 4 h。用 10 mm 的比色皿,于分光光度计波长 415 nm 处,以水调零,测量其吸光度。绘制标准曲线。

### 9.6 计算

三氧化二硼量用质量分数  $w(\text{B}_2\text{O}_3)$  计,数值以 % 表示,按式(5)计算:

$$w(\text{B}_2\text{O}_3) = \frac{m_1 - m_2}{m} \times \frac{100}{V} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

$m_1$  ——分取试液中 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的质量,单位为克(g);

$m_2$  ——分取空白溶液中 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的质量,单位为克(g);

$m$  ——试料量,单位为克(g);

$V$  ——分取的体积,单位为毫升(mL)。

## 10 耐火材料中结合剂中 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的测定

### 10.1 原理

试样用稀盐酸浸取,将三氧化二硼溶解至溶液,然后采用碱滴定法、等离子体发射光谱法和姜黄素分光光度法三种检测方法之一,测定试样中三氧化二硼的质量分数。

### 10.2 试剂

10.2.1 盐酸,1+1。

10.2.2 盐酸,1+50。

### 10.3 试料量

10.3.1 碱溶液滴定法。同 6.3。

10.3.2 等离子发射光谱法。同 7.3。

10.3.3 姜黄素分光光度法。称取 0.20 g 试样,精确至 0.1 mg。

#### 10.4 待测溶液制备

称取试样至 200 mL 塑料烧杯中,加入 20 mL 盐酸(10.2.1)和 50 mL 温水,混合均匀,持续搅拌(30±2)min。用滤纸过滤至 250 mL 容量瓶中,用温盐酸(10.2.2)洗涤不溶物若干次,冷却,稀释至刻度,摇匀。将待测液转移至塑料瓶中。

#### 10.5 测定

10.5.1 碱溶液滴定法:移取 50 mL 待测液(10.4)至烧杯中,加 2~3 滴溴甲酚紫指示剂(6.2.5),用氢氧化钠标准溶液(6.2.8)滴定至红色变成蓝色,再用盐酸(10.2.2)调节至黄色,盖上表面皿煮沸 20 min。冷却,用水稀释至约 100 mL。然后按照 6.4.4 及以后步骤进行。

10.5.2 等离子发射光谱法:移取 25 mL 待测液(10.4)至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。选定仪器检测 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的工作条件,测定溶液中硼含量。标准曲线的建立和结果计算依照第 7 章进行。

10.5.3 姜黄素分光光度法:按照 8.4.2 及以后步骤进行。

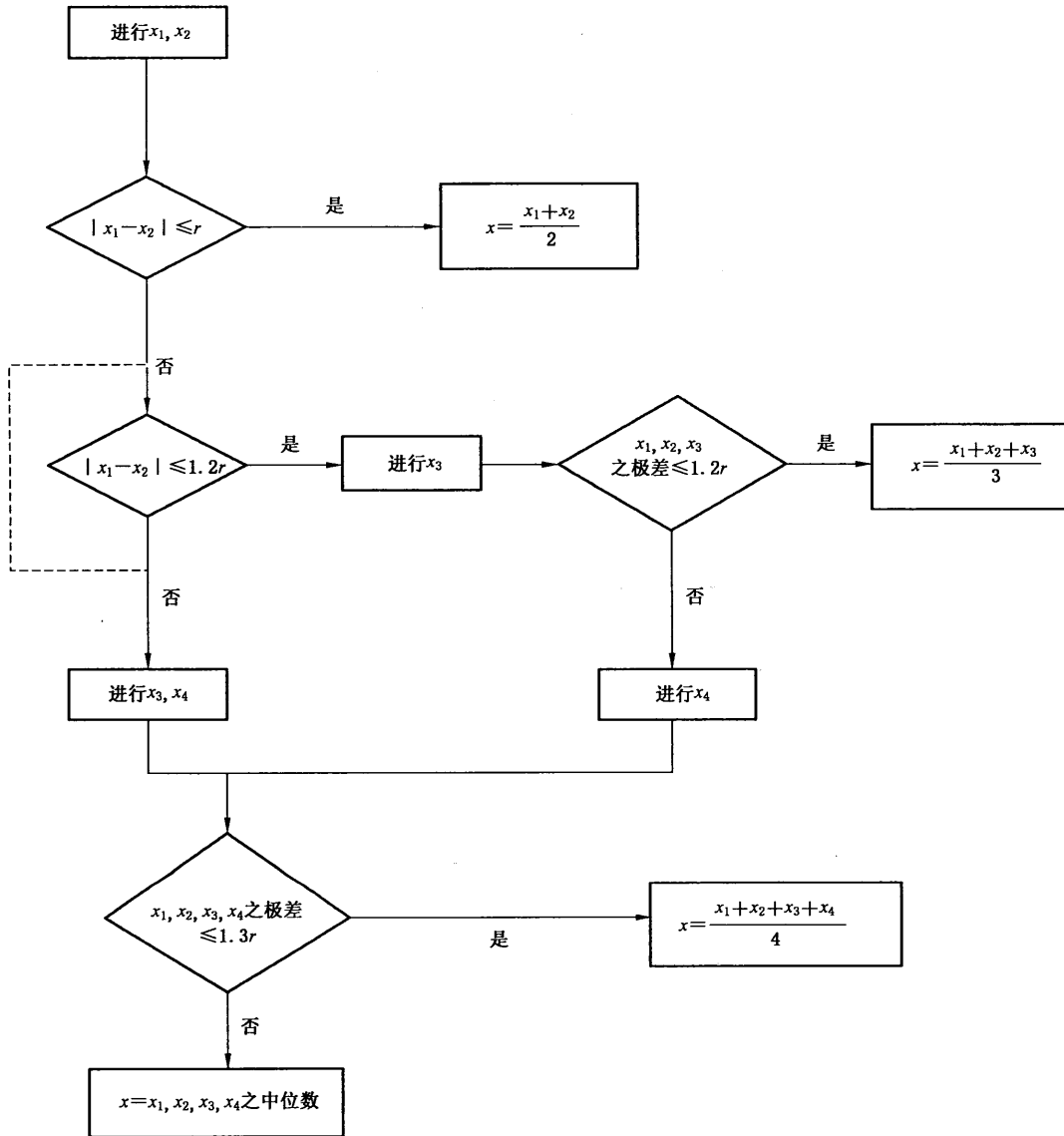
### 11 试验报告

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(GB/T 32177—2015);
- 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。

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,  $i=1, 2, 3, 4$ ;

$r$  —— 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 21078 章条编号对照

表 B.1 给出了本标准章条编号与 ISO 21078 章条编号对照一览表。

表 B.1 本标准章条编号与 ISO 21078 章条编号对照

本标准章条编号	对应 ISO 标准号	对应 ISO 标准章条编号
1	ISO 21078-1	1
	ISO 21078-2	1
2	ISO 21078-1	2
	ISO 21078-2	2
3	ISO 21078-1	3
4	ISO 21078-1	4
	ISO 21078-2	4
5	ISO 21078-1	10.2
	ISO 21078-2	13
6	ISO 21078-1	6
7	ISO 21078-1	9
8	ISO 21078-1	8
9	ISO 21078-1	7
10	ISO 21078-1	10,11,12
11	ISO 21078-1	11
	ISO 21078-2	15

附 录 C  
(资料性附录)

本标准与 ISO 21078 技术性差异及其原因

表 C.1 给出了本标准与 ISO 21078 的技术性差异及其原因的一览表。

表 C.1 本标准与 ISO 21078 技术性差异及其原因

本标准的章条号	技术性差异	原因
1	扩大了耐火材料硼类结合剂的测定范围,与材料的检测范围一致	方便使用
4	用耐火材料化学分析一般规定替代	方便使用
	试样制备部分按照化学分析一般条款进行了修改	
6 7	按材料中三氧化二硼质量分数高低选择合适的试料量	方便使用
8	增加加入姜黄素后的显色控制温度要求,为 55 ℃~58 ℃	不适用

中华人民共和国  
国家标准  
耐火材料中  $B_2O_3$  的测定  
GB/T 32177—2015

\*

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.net.cn](http://www.spc.net.cn)

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 26 千字  
2015年12月第一版 2015年12月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-52530 定价 21.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107



GB/T 32177-2015