



中华人民共和国国家标准

GB/T 3284—2015
代替 GB/T 3284—1993

石英玻璃化学成分分析方法

Analytical method of the chemical composition in the quartz glass

2015-10-09 发布

2016-09-01 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

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 3284—1993《石英玻璃化学成分分析方法》。与 GB/T 3284—1993 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 修改了范围(见第 1 章,1993 年版的第 1 章);
- 增加了规范性引用文件引导语(见第 2 章);
- 增加了试验基本要求(见第 3 章);
- 增加了试样制备(见第 4 章);
- 修改了烧失量和二氧化硅含量的测定(见第 5 章,1993 年版的 2.1.1);
- 删除了低膨胀石英玻璃中二氧化钛的测定(1993 年版的 2.1.2);
- 修改了发射光谱法(见第 6 章,1993 年版的 2.2);
- 修改了石墨炉原子吸收光谱法(见第 7 章,1993 年版的 2.3);
- 修改了火焰原子吸收光谱法(见第 8 章,1993 年版的 2.4);
- 增加了电感耦合等离子体发射光谱法(见第 9 章)。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国工业玻璃和特种玻璃标准化技术委员会(SAC/TC 447)归口。

本标准负责起草单位:中国建材检验认证集团股份有限公司、中国建筑材料科学研究总院、湖北菲利华石英玻璃股份有限公司。

本标准参加起草单位:连云港市东海县宏伟石英制品有限公司。

本标准主要起草人:杨晓会、吴洁、杨学东、欧阳葆华、刘俊龙、黄利、黄永亮、王京侠、丁家兴。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 3284—1982、GB/T 3284—1993。

石英玻璃化学成分分析方法

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了石英玻璃化学成分分析的试验基本要求、试样制备、方法提要 and 原理、试剂和材料、仪器和设备、分析步骤、结果计算和表示。

本标准适用于石英玻璃原料、石英玻璃及制品、石英玻璃纤维及制品的化学成分分析。

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 试验基本要求

3.1 水和试剂

除非另有说明,分析中使用试剂应不低于分析纯,所用水应不低于 GB/T 6682 中规定的二级水要求。

试剂稀释程度用体积比表示,表示方式如下:

——“稀释 $V_1 \rightarrow V_2$ ”表示:将体积为 V_1 的特定溶液稀释为总体积为 V_2 的最终混合物。

——“ $V_1 + V_2$ ”表示:将体积为 V_1 的特定溶液加入到体积为 V_2 的溶剂中。

3.2 恒量

经第一次灼烧、冷却、称量后,重复灼烧(每次 20 min),然后冷却、称量,当连续 2 次称量的差值小于或等于 0.000 2 g,即为恒量。

3.3 标准贮备液

使用前应恒温至 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$,并充分摇匀。除非另有规定,在常温($15\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 25\text{ }^{\circ}\text{C}$)下,保存期一般不超过两个月,当出现浑浊、沉淀或颜色有变化等现象时,应重新制备。

4 试样制备

4.1 试剂

盐酸(HCl):优级纯,质量分数 36%~38%。

GB/T 3284—2015

4.2 仪器和设备

4.2.1 干燥箱

4.2.2 高温炉

最高升温温度高于 800 ℃,恒温精度±10 ℃,内置进气孔和排气孔。

4.2.3 可调式电热板

4.2.4 试样皿

由耐高温材料制成,可以是石英坩埚、陶瓷坩埚等。

4.2.5 玛瑙研钵

由天然玛瑙制成。

4.3 实验室样品

送往实验室的样品应是均匀性样品,不得污染。质量大于或等于 30 g(天然矿石大于或等于100 g)。

4.4 试样

4.4.1 石英玻璃原料、石英玻璃及制品

按实验室样品形态分为以下两种方法:

- a) 块状原料:将实验室样品破碎至粒度在 5 mm 以下,置于盐酸(1+1)中,于 100 ℃±5 ℃浸煮约 10 min,经清洗、烘干后,用玛瑙研钵研磨至粒度约为 0.125 μm(120 目),贮存于称量瓶或塑料自封样品袋中备用。
- b) 颗粒状原料:将实验室样品烘干后,用玛瑙研钵研磨至粒度约为 0.125 μm(120 目),贮存于称量瓶或塑料自封样品袋中备用。

4.4.2 石英玻璃纤维及制品

将实验室样品放入试样皿中,置于高温炉内,炉温控制在 670 ℃±20 ℃,炉门开启缝隙约为 25 mm,使其灼烧 5 min~10 min,然后关闭炉门再加热 30 min,至完全去除表面浸润剂或粘合剂。冷却至室温,将样品剪成长度小于 10 mm 的短纤维。置于盐酸(1+1)中,于 100 ℃±5 ℃浸煮约 10 min,经清洗、烘干后,贮存于称量瓶或塑料自封样品袋中备用。

注 1: 对于织物和毡,应裁剪至合适的大小,只能堆积不能折叠放入相应的试样皿中。

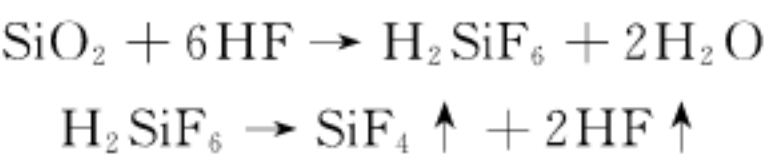
注 2: 开启炉门使挥发物逸出炉外,以防凝聚物沉积在试样或试样皿上。

注 3: 如使用通风高温炉,不需打开炉门。

5 烧失量和二氧化硅含量的测定——灼烧差减法

5.1 方法提要 and 原理

试料经高温灼烧至恒量,减少的质量分数即为烧失量,经氢氟酸和硫酸消解,使全部二氧化硅转化为四氟化硅而除去,再灼烧至恒量,可计算二氧化硅含量。反应方程式如下:



5.2 试剂

5.2.1 氢氟酸(HF)

优级纯,质量分数 40%。

5.2.2 硫酸(H₂SO₄)

优级纯,质量分数 95%~98%。

5.3 仪器和设备

5.3.1 天平

精确至 0.000 1 g。

5.3.2 铂坩埚

带盖,容量 20 mL~50 mL。

5.3.3 高温炉

最高升温温度高于 1 200 ℃,恒温精度±5 ℃,内置排气口。

5.3.4 可调式电热板

5.3.5 石墨分解箱

5.3.6 干燥器

内装变色硅胶。

5.4 分析步骤

5.4.1 试料

称取约 1 g 的试样,精确至 0.000 1 g,置于已恒量的铂坩埚中,盖上盖,并稍留缝隙。做两份试料的平行测定。

5.4.2 空白试验

除不加试料外,采用与测定完全相同的分析步骤、试剂和用量,进行平行操作。

5.4.3 烧失量的测定

将装有试料的铂坩埚及空白试验的铂坩埚置于 960 ℃±5 ℃的高温炉内,灼烧不少于 1 h,取出坩埚置于干燥器中冷却至室温,称量。再灼烧 20 min,冷却,称量。重复灼烧,直至恒量。保留已恒量的试料坩埚和空白坩埚用于 5.4.4 二氧化硅含量的测定。

5.4.4 二氧化硅含量的测定

向 5.4.3 中已恒量的试料坩埚和空白坩埚中依次加入数滴水(润湿)、5 mL 氢氟酸,5 滴硫酸

GB/T 3284—2015

(1+4),置于 105 ℃±5 ℃的电热板上蒸发至近干。取下坩埚,冷却后用少量水洗涤坩埚内壁,再加入 3 mL 氢氟酸,于 105 ℃±5 ℃的电热板上蒸发至近干,用少量水洗涤坩埚内壁,再次蒸干后,升高温度至 200 ℃±5 ℃驱尽二氧化硫(白烟冒尽)。冷却后用湿滤纸擦净坩埚外壁,于 960 ℃±5 ℃下灼烧 30 min,取出坩埚置于干燥器中冷却至室温,称量。重复灼烧,直至恒量。

5.5 结果计算与表示

5.5.1 烧失量

烧失量的质量分数(ω_{LOI})按式(1)计算:

$$\omega_{LOI} = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ω_{LOI} ——烧失量的质量分数,%;
 - m ——试料的质量,单位为克(g);
 - m_1 ——灼烧前坩埚和试料的质量,单位为克(g);
 - m_2 ——灼烧后坩埚和试料的质量,单位为克(g)。
- 以平行测定结果的算术平均值表示,保留两位小数。

5.5.2 二氧化硅含量

二氧化硅的质量分数(ω_{SiO_2})按式(2)计算:

$$\omega_{SiO_2} = \frac{m_2 - m_3 + m_0}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- ω_{SiO_2} ——二氧化硅的质量分数,%;
 - m ——试料的质量,单位为克(g);
 - m_2 ——灼烧后坩埚和试料的质量,单位为克(g);
 - m_3 ——经氢氟酸处理后,再灼烧的残渣及坩埚质量,单位为克(g);
 - m_0 ——空白试验的残渣质量,单位为克(g)。
- 以平行测定结果的算术平均值表示,保留两位小数。

5.6 允许差

试样中二氧化硅含量小于或等于 99.9%的测定结果的允许差应小于或等于 0.1%;

试样中二氧化硅含量大于 99.9%的测定结果的允许差应小于或等于 0.05%。

6 硼含量的测定——发射光谱法

6.1 方法提要 and 原理

试料经氢氟酸消解,用半转移法将试料溶液转移至一对平头电极上,蒸干。采用内标法,以钡元素作内标元素。用交流电弧激发试料。气态原子由激发态回到基态过程中,释放出特定波长的光,当分析条件固定,试料中待测元素的浓度较低时,其谱线强度与该元素在试料中的浓度成正比。

6.2 试剂和材料

6.2.1 氢氟酸(HF)

MOS 级,质量分数 40%。

6.2.2 硝酸(HNO_3)

MOS级,质量分数65%~68%。

6.2.3 盐酸(HCl)

MOS级,质量分数36%~38%。

6.2.4 甘露醇 $[\text{CH}_2\text{OH}(\text{CHOH})_4\text{CH}_2\text{OH}]$

6.2.5 甘露醇溶液(5 g/L)

将5 g甘露醇溶于水中,加水稀释至1 000 mL。

6.2.6 钯内标溶液

6.2.6.1 钯内标浓溶液(1 g/L)

按照GB/T 602的方法配制,称取0.1 g海绵钯(光谱纯),精确至0.000 1 g,置于150 mL石英玻璃烧杯中,加入2 mL盐酸、1 mL硝酸,微热溶解后蒸发至近干,加数滴水,然后滴加约1 mL盐酸。再次蒸发近干,加数滴水,再加入7 mL盐酸,至海绵钯充分溶解后,转移至100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

或直接使用有证系列国家标准溶液。

6.2.6.2 钯内标稀溶液(20 mg/L)

取2.0 mL钯内标浓溶液,置于100 mL容量瓶中,加入10 mL盐酸,0.1 g氯化钾(光谱纯),用水稀释至刻度,摇匀。

6.2.6.3 钯内标稀释液(20 mg/L)

取5.0 mL钯内标浓溶液,置于250 mL容量瓶中,加入24.5 mL盐酸,0.25 g氯化钾,1.25 g甘露醇,用水稀释至刻度,摇匀。

6.2.7 硼标准贮备溶液(1 g/L)

按照GB/T 602的方法配制,称取1.429 g硼酸(光谱纯),精确至0.000 1 g。置于150 mL石英玻璃烧杯中,加50 mL水,分数次共加入75 mL盐酸,于80℃~90℃的电热板上加热溶解,完全溶解后冷却,转移至250 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

或直接使用有证系列国家标准溶液。

6.2.8 硼标准系列使用液

6.2.8.1 第一级硼标准使用液(10 mg/L)

取1.0 mL硼标准贮备溶液置于100 mL容量瓶中,加入2 mL钯内标浓溶液,0.10 g氯化钾(光谱纯),0.50 g甘露醇,用钯内标稀释液稀释至刻度,摇匀。

6.2.8.2 第二级硼标准使用液(3 mg/L)

取15.0 mL第一级标准使用液,置于50 mL容量瓶中,用钯内标稀释液稀释至刻度。

GB/T 3284—2015

6.2.8.3 第三级硼标准使用液(1 mg/L)

第三级标准使用液由第一级标准使用液用钯内标稀释液稀释 10 倍。

6.2.8.4 第四级硼标准使用液(0.2 mg/L)

第四级标准使用液由第一级标准使用液用钯内标稀释液稀释 50 倍。

6.2.8.5 第五级硼标准使用液(0.1 mg/L)

第五级标准使用液由第三级标准使用液用钯内标稀释液稀释 10 倍。

注 1：上述标准溶液和标准系列使用液均贮存于聚乙烯塑料瓶中。

注 2：标准系列使用液级差浓度和内标元素加入量,可根据不同仪器适当改变。

6.2.9 封闭剂(10 g/L)

称取 1 g 聚苯乙烯(分析纯)置于玻璃瓶中,加入 100 mL 乙酸乙酯(分析纯)溶解。

6.2.10 显影液

A 液:称取 2 g 硫酸对甲氨基苯酚(米吐尔)、52 g 无水亚硫酸钠、10 g 对苯二酚,置于棕色玻璃瓶中,加入 1 000 mL 水充分溶解;

B 液:称取 44 g 无水碳酸钠、2 g 溴化钾,置于棕色玻璃瓶中,加入 1 000 mL 水充分溶解;
使用时,A 液、B 液按等体积混合。

6.2.11 停影液

3%~6%的冰乙酸溶液。

6.2.12 定影液

称取 400 g 硫代硫酸钠、25 g 无水亚硫酸钠,置于玻璃瓶中,加入 1 000 mL 水、8 mL 冰乙酸充分溶解。

6.2.13 石墨电极

光谱纯,直径 6 mm。

6.2.14 感光板

紫外 II 型。

6.3 仪器与设备

6.3.1 天平

精确至 0.000 1 g。

6.3.2 发射光谱摄谱仪

三透镜照明系统棱镜或光栅摄谱仪。

6.3.3 交流电弧发生器

额定电压 380 V,额定电流 8 A。

6.3.4 测微光度计

灵敏度 2.5×10^{-9} A/mm/m, 振动周期约等于 1 s。

6.3.5 有机玻璃操作箱(附红外灯)

6.3.6 石墨分解箱或微波消解仪

6.3.7 可调式电热板

6.3.8 坩埚

铂坩埚或聚四氟乙烯坩埚。带盖, 容量 20 mL~50 mL。

6.4 分析步骤

6.4.1 试料

称取约 0.2 g 试样, 精确至 0.000 1 g, 置于坩埚或微波消解罐中。做三份试料的平行测定。

6.4.2 空白试验

除不加试料外, 采用与测定完全相同的分析步骤、试剂和用量, 进行平行操作。

6.4.3 测定

测定步骤如下:

- a) 向装有试料的坩埚或微波消解罐中, 依次加入少量水(润湿)、0.1 mL 甘露醇溶液及 3 mL~4 mL 氢氟酸。根据实验室条件, 下列两种消解方法任选其一:
 - 1) 湿法消解: 将坩埚置于石墨分解箱中的栅板上, 盖上坩埚盖和石墨分解箱盖, 于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热板上加热分解试料, 充分溶解后, 于 $90\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热板上蒸发至干, 冷却。
 - 2) 微波消解: 将微波消解罐置于微波消解仪中, 于 $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 分解试料, 微波消解法需严格遵守微波消解仪使用说明及注意事项进行操作。充分溶解后, 取出微波消解罐于 $90\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热板上蒸发至干, 冷却。(微波消解罐取出时, 应遵守微波消解仪所提供的合适温度、压力条件)
- b) 加入 0.2 mL 钯内标稀溶液于坩埚或微波消解罐中浸取残渣。吸取 0.1 mL 此溶液移至涂有 1 滴封闭剂的一对平头电极顶端, 在红外灯下蒸发至干, 待摄谱。
- c) 分别吸取 0.1 mL 标准系列溶液移至涂有 1 滴封闭剂的一对平头电极顶端, 在红外灯下蒸发至干, 待摄谱。
- d) 将标准系列溶液、试料溶液与空白溶液按下述相同摄谱条件摄于同一谱板上。
- e) 摄谱条件: 用发射光谱仪摄谱, 其狭缝及中间光栅根据仪器型号自定。交流电弧 8 A, 曝光 30 s (不预燃)。
- f) 将摄好的谱板在 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的环境条件下, 浸入显影液中, 显影后取出, 放入停影液中, 停影 15 s~20 s, 取出放入定影液中, 定影 10 min~20 min, 用水冲洗约 20 min, 晾干。
- g) 用测微光度计测量分析线对的黑度。硼分析线取 249.77 nm, 钯内标线取 302.79 nm。

6.4.4 标准曲线的绘制

用 6.4.3.4 测得的标准系列的分析线对应的黑度值(ΔW)与标准溶液浓度值(C)绘制 ΔW -lgC 标准曲线。

6.5 结果计算与表示

试料中硼含量的质量分数(ω_B)按式(3)计算:

$$\omega_B = \frac{(C_B - C_0)V}{m} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- ω_B ——试料中硼元素的质量分数,单位为微克每克($\mu\text{g/g}$);
- C_B ——试料溶液中硼元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- C_0 ——空白溶液中硼元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V ——试料溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料的质量,单位为克(g)。

以平行测定结果的算术平均值表示,保留两位小数。

6.6 精密度

不同测定含量范围测定结果的相对标准偏差应符合表 1 的要求。

表 1 发射光谱法测定结果的相对标准偏差要求

含量范围 mg/L	相对标准偏差 %
0.1~1	≤15
0.01~0.1	≤20

7 石墨炉原子吸收光谱法

7.1 测定元素及适宜测定含量范围

本方法适用于试料溶液中铝、铁、钙、镁、钛、铜、钴、镍、锰、锂、钠、钾等 12 种元素含量为 10^{-9} 级时的测定。其他微量元素含量的测定可参照本方法。适用时,本方法为仲裁方法。

7.2 方法提要 and 原理

试料经氢氟酸消解,使全部二氧化硅转化为四氟化硅而除去,残渣用硝酸溶解后引入石墨炉原子吸收光谱仪。当光源辐射出的待测元素的特征谱线通过样品的蒸汽时,被蒸汽中待测元素的基态原子所吸收,在一定浓度范围,其吸收强度与溶液中待测元素的浓度成正比。

7.3 试剂和材料

7.3.1 氢氟酸(HF)

UP 级,质量分数 40%。

7.3.2 硝酸(HNO₃)

UP 级,质量分数 69%~72%。

7.3.3 单元素标准溶液(100 $\mu\text{g/mL}$)

按照 GB/T 602 的方法配制铝、铁、钙、镁、钛、铜、钴、镍、锰、锂、钠、钾单元素标准溶液,或直接使用

有证单元素溶液标准物质作为标准溶液。

7.3.4 标准贮备液

7.3.4.1 铝、钛标准贮备液(1 µg/mL)

分别吸取铝单元素标准溶液、钛单元素标准溶液各 10 mL,用硝酸(1→100)定容到 100 mL,再从定容后溶液中吸取 10 mL,用硝酸(1→100)定容到 100 mL。

7.3.4.2 铁、锰标准贮备液(0.5 µg/mL)

分别吸取铁单元素标准溶液、锰单元素标准溶液各 10 mL,用硝酸(1→100)定容到 100 mL,再从定容后溶液中吸取 5 mL,用硝酸(1→100)定容到 100 mL。

7.3.4.3 锂标准贮备液(0.2 µg/mL)

吸取锂单元素标准溶液 10 mL,用硝酸(1→100)定容到 100 mL,从定容后溶液中吸取 2 mL,用硝酸(1→100)定容到 100 mL。

7.3.4.4 镍、钠、铜、钴、钾标准贮备液(0.1 µg/mL)

分别吸取镍单元素标准溶液、钠单元素标准溶液、铜单元素标准溶液、钴单元素标准溶液、钾单元素标准溶液各 10 mL,用硝酸(1→100)定容到 100 mL,从定容后溶液中吸取 10 mL,用硝酸(1→100)定容到 100 mL,从第二次定容后溶液吸取 2 mL,用硝酸(1→100)定容到 200 mL。

7.3.4.5 镁、钙标准贮备液(0.05 µg/mL)

分别吸取镁单元素标准溶液、钙单元素标准溶液各 10 mL,用硝酸(1→100)定容到 100 mL,从定容后溶液中吸取 10 mL,用硝酸(1→100)定容到 200 mL,从第二次定容后溶液吸取 2 mL,用硝酸(1→100)定容到 200 mL。

注:可根据杂质含量高低适当调整各元素标准贮备液浓度。

7.4 仪器和设备

7.4.1 天平

精确至 0.000 1 g。

7.4.2 石墨分解箱或微波消解仪

7.4.3 坩埚

铂坩埚或聚四氟乙烯坩埚。带盖,容量 20 mL~50 mL。

7.4.4 石墨炉原子吸收光谱仪

7.4.5 空心阴极灯

铝、钛、钙、镁、铁、铜、钴、镍、锰、锂、钠、钾元素空心阴极灯。

7.4.6 可调式电热板

7.5 分析步骤

7.5.1 试料

称取 0.05 g~0.1 g(视杂质元素含量而定)试样,精确至 0.000 1 g,置于坩埚或微波消解罐中。做三份试料的平行测定。

7.5.2 空白试验

除不加试料外,采用与测定完全相同的分析步骤、试剂和用量,进行平行操作。

7.5.3 试料溶液制备

向装有试料的坩埚或微波消解罐和空白坩埚中依次加入数滴水(润湿)、3 mL~5 mL 氢氟酸。根据实验室条件,下列两种消解方法任选其一:

- a) 湿法消解:将坩埚置于石墨分解箱中的栅板上,盖上坩埚盖和石墨分解箱盖,置于 105 °C ± 5 °C 电热板上加热分解试料,充分溶解后,于 100 °C ± 5 °C 缓慢加热蒸发至干以赶尽氢氟酸。冷却后,加入 10 mL 硝酸(1→100),待完全溶解后摇匀,待测。
- b) 微波消解:将微波消解罐置于微波消解仪中,于 150 °C ± 5 °C 分解试料,微波消解法需严格遵守微波消解仪使用说明及注意事项进行操作。充分溶解后,取出微波消解罐(微波消解罐取出时,需遵守微波消解仪所提供的合适温度、压力条件),置于电热板上于 100 °C ± 5 °C 缓慢加热蒸发至干以赶尽氢氟酸。冷却后,加入 10 mL 硝酸(1→100),待完全溶解后摇匀,待测。

7.5.4 测定

7.5.4.1 仪器工作条件

表 2 为推荐性仪器工作条件,不同型号仪器应参考选定最佳工作条件。

表 2 石墨炉原子吸收光谱仪工作条件

元素	仪器参数						
	波长 nm	狭缝 nm	灯电流 mA	干燥温度 °C	灰化温度 °C	原子化温度 °C	净化温度 °C
Al	309.3	0.7	25	110	1 200	2 400	—
Fe	248.3	0.2	30	110	1 200	2 100	—
Ca	422.7	0.7	10	110	1 100	2 350	2 500
Mg	285.2	0.7	6	110	800	1 900	—
Ti	364.3	0.2	35	110	1 500	2 450	2 500
Cu	324.8	0.7	15	110	1 100	1 900	—
Co	242.5	0.2	15	110	1 400	2 400	—
Ni	232.0	0.2	25	110	1 100	2 300	—
Mn	279.5	0.2	20	110	1 300	1 900	—
Li	670.8	0.2	15	110	900	2 300	—
Na	589.0	0.2	8	110	900	1 500	—
K	766.5	0.7	8	110	900	1 500	—

7.5.4.2 标准系列使用液的配制

按表 3 给出的体积分别吸取各元素标准贮备液于 100 mL 容量瓶中,配制铝、钛、钙、镁、铁、铜、钴、镍、锰、锂、钠、钾等 12 种元素标准系列使用液,用硝酸(1→100)定容。得到各元素标准系列使用液,其质量浓度见表 4。

表 3 石墨炉原子吸收光谱法配制标准系列使用液所吸取各元素标准贮备液的体积 单位为毫升

序号	Al	Ti	Fe	Mn	Li	Ni	Cu	Co	Na	K	Mg	Ca
一级	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
二级	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4
三级	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6
四级	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8
五级	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10

表 4 石墨炉原子吸收光谱法各元素标准系列使用液浓度 单位为微克每升

序号	Al	Ti	Fe	Mn	Li	Ni	Cu	Co	Na	K	Mg	Ca
贮备液	1 000	1 000	500	500	200	100	100	100	100	100	50	50
一级	20	20	10	10	4	2	2	2	2	2	1	1
二级	40	40	20	20	8	4	4	4	4	4	2	2
三级	60	60	30	30	12	6	6	6	6	6	3	3
四级	80	80	40	40	16	8	8	8	8	8	4	4
五级	100	100	50	50	20	10	10	10	10	10	5	5
注:可根据仪器性能及元素含量高低调整各元素标准系列使用液浓度。												

7.5.4.3 标准曲线绘制和试料测定

按照试验要求和仪器情况,参考表 2 给出的仪器工作条件,设置最佳仪器工作条件参数。测定元素标准系列使用液的吸光度,以标准系列使用液浓度为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制浓度-吸光度(C-A)标准曲线。相同条件下测定空白溶液和试料溶液相应元素的吸光度。对比浓度-吸光度(C-A)标准曲线得相应的质量浓度。

7.6 结果计算与表示

试料中元素含量的质量分数(ω_x)按式(4)计算:

$$\omega_x = \frac{f(C_x - C_0)V}{m \times 10^3}$$

.....(4)

式中:

- ω_x —— 试料中被测元素含量的质量分数,单位为微克每克($\mu\text{g/g}$);
- C_x —— 试料溶液中被测元素的浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);
- C_0 —— 空白溶液中被测元素的浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);
- V —— 试料溶液的体积,单位为毫升(mL);

f ——试料溶液被稀释的倍数；
 m ——试料的质量，单位为克(g)。
以平行测定结果的算术平均值表示，保留两位小数。

7.7 精密度

不同测定含量范围测定结果的相对标准偏差应符合表 5 的要求。

表 5 石墨炉原子吸收光谱法测定结果的相对标准偏差要求

含量范围 $\mu\text{g/L}$	相对标准偏差 %
10~100	≤ 5
1~10	≤ 10
0.1~1	≤ 15
0.01~0.1	≤ 20

8 火焰原子吸收光谱法(碱金属元素的测定)

8.1 测定元素及适宜测定含量范围

本方法适用于试料溶液中锂、钠、钾等 3 种碱金属元素含量为 10^{-6} 级时的测定。其他微量元素含量的测定可参照本方法。

8.2 方法提要 and 原理

同 7.1

8.3 试剂和材料

8.3.1 氢氟酸(HF)

MOS 级，质量分数 40%。

8.3.2 硝酸(HNO₃)

MOS 级，质量分数 65%~68%。

8.3.3 氯化铯溶液(4 g/L)

称取 1 g 氯化铯(光谱纯)，精确至 0.01 g，置于 150 mL 石英烧杯中，用水溶解后移入 250 mL 容量瓶中，加 5 mL 硝酸(1+1)，用水稀释至刻度，摇匀，移入聚乙烯塑料瓶中贮存。

8.3.4 单元素标准溶液(100 $\mu\text{g/mL}$)

按照 GB/T 602 的方法配制锂、钠、钾单元素标准溶液，或直接使用有证单元素溶液标准物质作为标准溶液。

8.3.5 锂、钠、钾标准贮备液(1.0 $\mu\text{g/mL}$)

分别吸取锂单元素标准溶液、钠单元素标准溶液、钾单元素标准溶液 10 mL，用硝酸(1→100)定容

到100 mL,再从定容后溶液中吸取 10 mL,加入氯化铯溶液10 mL,用硝酸(1→100)定容到 100 mL。

注:可根据元素含量高低适当调整各元素标准使用液浓度。

8.4 仪器和设备

8.4.1 天平

精确至 0.000 1 g。

8.4.2 石墨分解箱或微波消解仪

8.4.3 坩埚

铂坩埚或聚四氟乙烯坩埚。带盖,容量 20 mL~50 mL。

8.4.4 火焰原子吸收光谱仪

8.4.5 空心阴极灯

锂、钠、钾元素空心阴极灯。

8.4.6 可调式电热板

8.4.7 分析用钢瓶乙炔气和空气压缩机

8.5 分析步骤

8.5.1 试料

称取 0.5 g~1.0 g(视杂质含量而定)试样,精确至 0.000 1 g,置于坩埚或微波消解罐中。做三份试料的平行测定。

8.5.2 空白试验

除不加试料外,采用与测定完全相同的分析步骤、试剂和用量,进行平行操作。

8.5.3 试料溶液制备

向装有试料的坩埚中依次加入数滴水(润湿)、7 mL~10 mL 氢氟酸。根据实验室条件,下列两种消解方法任选其一:

- a) 湿法消解:将坩埚置于石墨分解箱中的栅板上,盖上坩埚盖和石墨分解箱盖,置于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热板上加热分解试料,充分溶解后,于 $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 缓慢加热蒸发至干以赶尽氢氟酸。冷却,加入 10 mL 硝酸(2→100),继续加热使其残渣完全溶解,冷却,移入 25 mL 容量瓶中,加入 2.5 mL 氯化铯溶液,用硝酸(2→100)稀释至刻度,摇匀,待测。
- b) 微波消解:将微波消解罐置于微波消解仪中,于 $150\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 分解试料,微波消解法需严格遵守微波消解仪使用说明及注意事项进行操作。充分溶解后,取出微波消解罐(微波消解罐取出时,需遵守微波消解仪所提供的合适温度、压力条件),置于电热板上于 $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 缓慢加热蒸发至干以赶尽氢氟酸。冷却,加入 10 mL 硝酸(2→100),继续加热使其残渣完全溶解,冷却,移入 25 mL 容量瓶中,加入 2.5 mL 氯化铯溶液,用硝酸(2→100)稀释至刻度,摇匀,待测。

8.5.4 测定

8.5.4.1 仪器工作条件

表 6 为推荐性仪器工作条件,不同型号仪器应参考选定最佳工作条件。

表 6 火焰原子吸收光谱仪工作条件

元素	仪器参数				
	波长 nm	灯电流 mA	燃烧器高度 mm	空气:乙炔 V:V	燃烧器旋转角
Li	670.8	3	6	3.5:1	零位
Na	589.0	3	8	3.8:1	零位
K	766.5	3	5	3.5:1	零位

8.5.4.2 标准系列使用液的配制

按表 7 给出的体积分别吸取各元素标准贮备液于 100 mL 容量瓶中,配制锂、钠、钾标准系列使用液,用硝酸(2→100)定容。得到各元素标准系列使用液,其质量浓度见表 8。

表 7 火焰原子吸收光谱法配制标准系列使用液所吸取各元素标准贮备液的体积 单位为毫升

序号	Li	Na	K
一级	5	5	5
二级	10	10	10
三级	30	30	30
四级	50	50	50
五级	100	100	100

表 8 火焰原子吸收光谱法各元素标准系列使用液浓度 单位为微克每毫升

序号	Li	Na	K
一级	0.05	0.05	0.05
二级	0.1	0.1	0.1
三级	0.3	0.3	0.3
四级	0.5	0.5	0.5
五级	1.0	1.0	1.0
注:可根据仪器性能及元素含量高低调整各元素标准系列使用液浓度。			

8.5.4.3 标准曲线绘制和试料测定

按照试验要求和仪器情况,参考表 6 给出的仪器工作条件,设置最佳仪器工作条件参数。分别测定各元素标准系列使用液的吸光度。以标准系列使用液浓度为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制浓度-

吸光度(C-A)标准曲线。相同条件下测定空白溶液和试料溶液的吸光度。对比浓度-吸光度(C-A)标准曲线得相应的质量浓度。

8.6 结果计算与表示

试料中杂质元素含量的质量分数(ω_x)按式(5)计算:

$$\omega_x = \frac{f(C_x - C_0)V}{m} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- ω_x ——试料中被测元素含量的质量分数,单位为微克每克($\mu\text{g/g}$);
- C_x ——试料溶液中被测元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- C_0 ——空白溶液中被测元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V ——试料溶液的体积,单位为毫升(mL);
- f ——试料溶液被稀释的倍数;
- m ——试料的质量,单位为克(g)。

以平行测定结果的算术平均值表示,保留两位小数。

8.7 精密度

平行测定结果的相对标准偏差应小于等于 10%(含量范围在 0.5 $\mu\text{g/mL}$ ~10 $\mu\text{g/mL}$)。

9 电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES 法)

9.1 测定元素及适宜测定含量范围

本方法适用于试料溶液中铝、铁、钙、镁、钛、铜、钴、镍、锰、锂、钠、钾、锆、铬、钡等 15 种元素含量为 10^{-6} 级时的测定。其他微量元素含量的测定可参照本方法。

9.2 方法提要 and 原理

试料经氢氟酸消解,使全部二氧化硅转化为四氟化硅而除去,残渣用硝酸溶解后,由载气带入电感耦合等离子体发射光谱仪雾化系统进行雾化后,以气溶胶形式进入等离子体中,在高温和惰性气氛中被充分蒸发、原子化、电离和激发,发射出所含元素的特征谱线。根据特征谱线的存在与否,鉴别样品中是否含有某种元素(定性分析);根据特征谱线强度确定样品中相应元素的含量(定量分析)。在一定浓度范围内,其发射强度与溶液中待测元素的浓度成正比。

9.3 试剂和材料

9.3.1 氢氟酸(HF)

MOS 级,质量分数 40%。

9.3.2 硝酸(HNO₃)

MOS 级,质量分数 65%~68%。

9.3.3 单元素标准溶液(100 $\mu\text{g/mL}$)

按照 GB/T 602 的方法配制铝、铁、钙、镁、钛、铜、钴、镍、锰、锂、钠、钾、锆、铬、钡单元素标准溶液,或直接使用有证系列国家标准溶液。

9.3.4 各元素混和标准贮备液

15 种元素混和标准贮备液(铝元素浓度 $3.0\ \mu\text{g/mL}$, 铁、钙、镁、钛、铜、钴、镍、锰、锂、钠、钾、锆、铬、钡等元素浓度 $0.5\ \mu\text{g/mL}$): 分别吸取铝单元素标准溶液 $3.0\ \text{mL}$, 铁、钙、镁、钛、铜、钴、镍、锰、锂、钠、钾、锆、铬、钡单元素标准溶液各 $0.5\ \text{mL}$, 用硝酸(2→100)定容到 $100\ \text{mL}$ 。

注: 可根据杂质含量高低适当调整各元素标准使用液浓度。

9.4 仪器和设备

9.4.1 天平

精确至 $0.000\ 1\ \text{g}$ 。

9.4.2 石墨分解箱或微波消解仪

9.4.3 坩埚

铂坩埚或聚四氟乙烯坩埚。带盖, 容量 $20\ \text{mL}\sim 50\ \text{mL}$ 。

9.4.4 可调式电热板

9.4.5 电感耦合等离子体发射光谱仪

9.5 分析步骤

9.5.1 试料

称取约 $1.0\ \text{g}$ 试样, 精确至 $0.000\ 1\ \text{g}$, 置于坩埚或微波消解罐中。做三份试料的平行测定。

9.5.2 空白试验

除不加试料外, 采用与测定完全相同的分析步骤、试剂和用量, 进行平行操作。

9.5.3 试料溶液的制备

向装有试料的坩埚中依次加入数滴水(润湿)、 $7\ \text{mL}\sim 10\ \text{mL}$ 氢氟酸。根据实验室条件, 下列两种消解方法任选其一:

- 湿法消解: 将坩埚置于石墨分解箱中的栅板上, 盖上坩埚盖和石墨分解箱盖, 置于 $105\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ 电热板上加热分解试料, 充分溶解后, 置于电热板上于 $100\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ 缓慢加热蒸发至干以赶尽氢氟酸。冷却, 加入 $25\ \text{mL}$ 硝酸(2→100), 摇匀, 待测。
- 微波消解: 将微波消解罐置于微波消解仪中, 于 $150\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ 分解试料, 微波消解法需严格遵守微波消解仪使用说明及注意事项进行操作。充分溶解后, 取出微波消解罐(微波消解罐取出时, 需遵守微波消解仪所提供的合适温度、压力条件), 置于电热板上于 $100\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ 缓慢加热蒸发至干以赶尽氢氟酸。冷却后, 加入 $25\ \text{mL}$ 硝酸(2→100), 摇匀, 待测。

9.5.4 测定

9.5.4.1 仪器工作条件

表 9 为推荐性仪器工作条件, 不同型号仪器应参考选定最佳工作条件。表 10 为推荐分析谱线的波长。

表 9 电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件

项目	功率	冷却气流量	辅助气流量	雾化气流量	进样量	样品提升时间
条件	1.1 kW	12 L/min	0.2 L/min	0.6 L/min	1.5 mL/min	25 s

表 10 推荐分析谱线波长

元素	Al	Fe	Ca	Mg	Ti	Cu	Co	Ni
波长/nm	396.153	238.204	317.933	285.213	334.940	327.39	228.616	231.604
元 素	Mn	Li	Na	K	Zr	Cr	Ba	—
波长/nm	257.610	670.784	589.592	766.490	343.82	267.716	455.403	—

9.5.4.2 混合标准系列使用液的配制

按表 11 给出的体积分别吸取各元素标准贮备液于 100 mL 容量瓶中,配制铝、铁、钙、镁、钛、铜、钴、镍、锰、锂、钠、钾、锆、铬、钡混合标准系列使用液,用硝酸(2→100)定容。得到各元素混合标准系列使用液,其质量浓度见表 12。

表 11 ICP-OES 法配制混合标准系列使用液所吸取各元素标准贮备液的体积 单位为毫升

序号	Al	Ti	Fe	Mn	Li	Ni	Cu	Co	Na	K	Mg	Ca	Zr	Cr	Ba
一级	2	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
二级	10	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
三级	20	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
四级	40	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30
五级	60	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50

表 12 ICP-OES 法各元素混合标准系列使用液浓度 单位为微克每毫升

序号	Al	Ti	Fe	Mn	Li	Ni	Cu	Co	Na	K	Mg	Ca	Zr	Cr	Ba
一级	0.1	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
二级	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	0.05	0.05
三级	1.0	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
四级	2.0	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
五级	3.0	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
注:可根据仪器性能及杂质含量高低调整各元素标准系列使用液浓度。															

9.5.4.3 标准曲线绘制和试料测定

按照试验要求和仪器情况,设置最佳仪器工作条件参数(可参考表 9 和表 10 给出的仪器工作条件及推荐谱线波长)。测定元素标准系列使用液的谱线发射强度。以标准系列使用液浓度为横坐标,对应

的谱线发射强度为纵坐标绘制浓度-谱线发射强度(C - I)标准曲线。相同条件下测定空白溶液和试料溶液的元素谱线发射强度。对比浓度-谱线发射强度(C - I)标准曲线得相应的质量浓度。

9.6 结果计算与表示

试料中杂质元素含量的质量分数(ω_x)按式(6)计算:

$$\omega_x = \frac{f(C_x - C_0)V}{m} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

ω_x ——试料中被测元素含量的质量分数,单位为微克每克($\mu\text{g/g}$);

C_x ——试料溶液中被测元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

C_0 ——空白溶液中被测元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试料溶液的体积,单位为毫升(mL);

f ——试料溶液被稀释的倍数;

m ——试料的质量,单位为克(g)。

以平行测定结果的算术平均值表示,保留两位小数。

9.7 精密度

平行测定结果的相对标准偏差应小于或等于 10%。

参 考 文 献

- [1] GB/T 9914.2—2013 增强制品试验方法 第2部分:玻璃纤维可燃物含量的测定
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
石英玻璃化学成分分析方法
GB/T 3284—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.gb168.cn

服务热线:400-168-0010

010-68522006

2016年1月第一版

*

书号:155066·1-53145

版权专有 侵权必究



GB/T 3284-2015