ICS 81.040.20
Q 33

中华人民共和国国家标准

GB/T 1347—2008
代替 GB/T 1347—1988

钠钙硅玻璃化学分析方法

Methods for chemical analysis of soda-lime-silica glass

2008-10-15 发布　　2009-06-01 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

本标准代替 GB/T 1347—1988《钠钙硅玻璃化学分析方法》。

本标准与原标准相比，主要变化为：

——扩展了分析方法的测定范围(本版第 1 章)；

——增加了对分析值修约位数的规定(本版第 4 章第 5 节)；

——增加了等离子体发射光谱分析方法(本版第 18 章，第 20 章)；

——本标准增加了测定成分，由原来的 12 种，增加至 18 种(增加了氧化铜、氧化锌、三氧化二钴、氧化镍、三氧化二铬、氧化镉、一氧化锰共七种)。

本标准的附录 A 是规范性附录。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国建筑用玻璃标准化技术委员会(SAC/TC 255)归口。

本标准起草单位：中国建筑材料科学研究总院、中国建筑材料检验认证中心。

本标准起草人：白永智、崔金华、郭中宝、王潇、邹琼慧、张瑞艳、梅一飞。

本标准委托中国建筑材料检验认证中心负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 1347—1977、GB/T 1347—1988。

钠钙硅玻璃化学分析方法

1 范围

本标准规定了钠钙硅玻璃的化学分析方法。

本标准适用于钠钙硅玻璃、以钠钙硅为主要成分的其他玻璃，如着色玻璃等。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析试验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则

3 试样制备

3.1 将实验室样品破碎至 6 mm～7 mm 以下，按四分法缩分至约 100 g。

3.2 将缩分后的样品粉碎至 0.5 mm 以下，继续缩分至约 20 g。

3.3 试样经清洗、干燥后粉碎，粒径均小于 0.08 mm，避免引进杂质，贮存于带磨口塞的广口瓶中备用。

3.4 试样分析前应在 105 ℃～110 ℃烘 1 h，置于干燥器中冷至室温。

4 分析方法

4.1 试剂

除另有说明外，试验中所用试剂应不低于分析纯，所用水应符合 GB/T 6682 中规定的三级水要求，其中原子吸收光谱法及等离子体发射光谱法使用 GB/T 6682 中规定的二级水。

4.2 方法说明

标准中对同一成分并列的测定方法，可根据实际情况任选一种。在有争议时，同一成分并列的测定方法以先列的方法为准。

4.3 测定次数

在重复性条件下测定两次。

4.4 空白试验

在重复性条件下做空白试验。

4.5 结果表述

所得结果应按 GB/T 8170 修约，保留 2 位小数；当含量小于 0.10%时结果保留 2 位有效数字。

4.6 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 3 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。

4.7 质量保证和控制

4.7.1 工作曲线应定期(不超过 3 个月)用标准物质校准。如果改变仪器条件，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表 3 所规定允许差的 0.7 倍时，应重新绘制工作曲线。

4.7.2 一般情况下，标准滴定溶液的浓度应每两个月重新标定；如果两个月内温度变化超过 10 ℃，应及时标定。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 3 所规定允许差的 0.7 倍时，则标定结果有效，否则无效。

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 3 所规定允许差的 0.7 倍时，则试样分析值有效，否则无效。

5 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 1347—2008)；

——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；

——实验人签名，审核人签名。

6 烧失量的测定(灼烧差减法)

6.1 试料量

称取约 1 g(m_1)试样，精确至 0.000 1 g。

6.2 测定

将试料置于已恒量(两次灼烧称量的差值小于等于 0.000 2 g)的铂坩埚或瓷坩埚中，盖上盖，并稍留缝隙，放入高温炉内，从低温升至 550 ℃，保温 1 h，取出稍冷，即放入干燥器中，冷至室温，称量。重复灼烧(每次 15 min)，称量，直至恒量(当烧失量小于等于 1%时，2 次灼烧称量的差值小于等于 0.000 2 g；当烧失量大于 1%时，2 次灼烧称量的差值小于等于 0.000 5 g，即为恒量)。

6.3 分析结果的计算

烧失量的质量分数($w_{L.O.I}$)按式(1)计算：

$$w_{L.O.I} = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

$w_{L.O.I}$——烧失量的质量分数，%；

m_1——6.1 试料质量，单位为克(g)；

m_2——灼烧后试料的质量，单位为克(g)。

7 二氧化硅的测定(盐酸一次脱水重量法)

7.1 试剂与仪器

7.1.1 无水碳酸钠(Na_2CO_3)。

7.1.2 盐酸(HCl ρ 约 1.19 g/mL)。

7.1.3 盐酸(HCl 1+1)。

7.1.4 盐酸(HCl 5+95)。

7.1.5 盐酸(HCl 1+11)。

7.1.6 氢氟酸(HF 优级纯，ρ 约 1.15 g/mL)。

7.1.7 硫酸(H_2SO_4 1+4)。

7.1.8 氢氧化钠溶液(100 g/L):称取 10 g 氢氧化钠(NaOH)于塑料杯中,加 100 mL 水溶解,贮存于塑料瓶中。

7.1.9 氟化钾溶液(20 g/L):称取 2 g 氟化钾(KF)于塑料杯中,加 100 mL 水溶解,贮存于塑料瓶中。

7.1.10 硼酸溶液(20 g/L):称取 2 g 硼酸(H_3BO_3)于烧杯中,加 100 mL 水溶解,贮存于玻璃瓶中。

7.1.11 对硝基酚指示剂(5 g/L):称取 0.5 g 对硝基酚($C_6H_5NO_3$)于烧杯中,溶于 100 mL 乙醇中。

7.1.12 乙醇(C_2H_5OH 95%)。

7.1.13 钼酸铵溶液(80 g/L):称取 8 g 钼酸铵[$(NH_4)_6Mo_7O_{24}\cdot 4H_2O$]溶于 100 mL 水中,过滤,贮存于塑料瓶中。

7.1.14 抗坏血酸溶液(20 g/L):称取 2 g 抗坏血酸($C_6H_8O_6$)溶于 100 mL 水中(使用时配制)。

7.1.15 二氧化硅标准溶液(0.10 mg/mL):准确称取 0.100 0 g 预先经 1 000 ℃灼烧 1 h 的高纯二氧化硅(SiO_2,纯度为 99.99%以上)于铂坩埚中,加 2 g 无水碳酸钠,混匀。先低温加热,逐渐升高温度至 1 000 ℃,得到透明熔体,继续熔融 3 min～5 min。冷却,用热水浸取熔块于 300 mL 塑料杯中,加入 150 mL 沸水,搅拌使其溶解(此时溶液应澄清)。冷却,移入 1 L 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀后立刻转移到塑料瓶中贮存。

7.1.16 分光光度计。

7.2 标准曲线的绘制

于一组 100 mL 容量瓶中,各加 5 mL 盐酸(7.1.5)及 20 mL 水,摇匀。移取 0 mL,1.00 mL,2.00 mL,3.00 mL,4.00 mL,5.00 mL,6.00 mL,7.00 mL,8.00 mL 二氧化硅标准溶液(7.1.15),加 8 mL 乙醇(7.1.12),4 mL 钼酸铵溶液(7.1.13),摇匀,于 20℃～30℃放置 15 min,加 15 mL 盐酸(7.1.3),用水稀释至 90 mL 左右。加 5 mL 抗坏血酸溶液(7.1.14),用水稀释至标线,摇匀。1 h 后,于分光光度计上,以试剂空白作参比,选用 5 mm 比色皿,在波长 700 nm 处测定溶液的吸光度。按测得吸光度与比色溶液浓度的关系绘制标准曲线。

7.3 分析步骤

7.3.1 试料量

称取 0.5 g(m_3)试样,精确至 0.000 1 g。

7.3.2 测定

将试料置于铂坩埚中,加 1.5 g 无水碳酸钠(7.1.1),与试料混匀,再取 0.5 g 无水碳酸钠(7.1.1)铺在表面,盖上坩埚盖,先低温加热,逐渐升高温度至 1 000 ℃,熔融至透明状态,继续熔融 15 min。用坩埚钳夹持坩埚,小心旋转,使熔融物均匀地附在坩埚内壁。冷却,用热水浸取熔块移入铂蒸发皿(或瓷蒸发皿)中。

盖上表面皿,加 10 mL 盐酸(7.1.3)溶解熔块,用少量盐酸(7.1.3)及热水洗净坩埚,洗液并入蒸发皿内,将皿置于水浴上蒸发至近干,冷却。加 5 mL 盐酸(7.1.2),放置约 5 min,加 50 mL 热水,搅拌使盐类溶解。用中速定量滤纸倾泻过滤,滤液用 250 mL 容量瓶承接,以热盐酸(7.1.4)洗涤皿壁及沉淀 8 次～10 次,热水洗 3 次～5 次。在沉淀上加 4 滴硫酸(7.1.7),将滤纸及沉淀转入铂坩埚中,放在电炉上低温烘干,升高温度使滤纸充分灰化。于 1 100 ℃灼烧 1 h,在干燥器中冷却至室温,称量。反复灼烧,直至恒量。将沉淀用水润湿,加 4 滴硫酸(7.1.7)及 5 mL～7 mL 氢氟酸(7.1.6),于低温电炉上蒸发至干,重复处理一次。逐渐升高温度,驱尽三氧化硫白烟,将残渣于 1 100 ℃灼烧 15 min,在干燥器中冷却至室温,称量。反复灼烧,直至恒量。

将上述的滤液用水稀释至标线,摇匀。移取 25.00 mL 滤液于 100 mL 塑料杯中,加 5 mL 氟化钾溶液(7.1.9),摇匀。放置 10 min 后,加 5 mL 硼酸溶液(7.1.10),加 1 滴对硝基酚指示剂(7.1.11),滴加氢氧化钠溶液(7.1.8)至溶液变黄色,加 5 mL 盐酸(7.1.5),移入 100 mL 容量瓶中。加 8 mL 乙醇(7.1.12),4 mL 钼酸铵溶液(7.1.13),摇匀,于 20 ℃～30 ℃放置 15 min,加 15 mL 盐酸(7.1.3),用水稀释至 90 mL 左右。加 5 mL 抗坏血酸溶液(7.1.14),用水稀释至标线,摇匀。1 h 后,于分光光度计

上，以试剂空白作参比，选用 5 mm 比色皿，在波长 700 nm 处测定溶液的吸光度，从标准曲线上查得二氧化硅的含量(c_1)。

7.3.3 分析结果的计算

二氧化硅的质量分数(w_{SiO_2})按式(2)计算：

$$w_{SiO_2} = \left(\frac{m_4 - m_5}{m_3} + \frac{c_1 \times 100}{m_3 \times 1\,000}\right) \times 100 \quad \cdots\cdots(2)$$

式中：

w_{SiO_2}——二氧化硅的质量分数，%；

m_3——7.3.1 试料质量，单位为克(g)；

m_4——灼烧后未经氢氟酸处理的沉淀及坩埚质量，单位为克(g)；

m_5——经氢氟酸处理后灼烧的残渣及坩埚质量，单位为克(g)；

c_1——在标准曲线上查得所分取滤液中二氧化硅的含量，单位为毫克(mg)。

8 二氧化硅的测定(氟硅酸钾容量法)

8.1 试剂

8.1.1 盐酸(HCl 1+1)

8.1.2 氢氧化钾(KOH)。

8.1.3 氯化钾(KCl)。

8.1.4 乙醇(C_2H_5OH 95%)。

8.1.5 硝酸(HNO_3 ρ约 1.42 g/mL)。

8.1.6 氯化钾溶液(50 g/L)：称取 5 g 氯化钾(KCl)，溶于 100 mL 水中，摇匀。

8.1.7 氯化钾乙醇溶液(50 g/L)：称取 5 g 氯化钾(KCl)，溶于 50 mL 水中，加 50 mL 乙醇(C_2H_5OH 95%)，摇匀。

8.1.8 氟化钾溶液(150 g/L)：称取 150 g 氟化钾(KF)置于塑料杯中，加水溶解，稀释至 1 L，贮存于塑料瓶中。

8.1.9 酚酞指示剂(10 g/L)：称取 1 g 酚酞($C_{20}H_{14}O_4$)溶于 100 mL 乙醇(8.1.4)中，用稀氢氧化钠溶液(8.1.10)调微红色(pH8～pH10)。

8.1.10 氢氧化钠标准滴定溶液(0.15 mol/L)：称取 30 g 氢氧化钠(NaOH)，溶于 5 L 经煮沸过的冷水中，贮存于装有钠石灰干燥管的塑料瓶中，充分摇匀。

氢氧化钠标准滴定溶液的标定：称取约 0.7 g(m_6)苯二甲酸氢钾($C_8H_5KO_4$，基准试剂)精确至 0.000 1 g，于 300 mL 烧杯中，加入 150 mL 经煮沸、冷却，用稀氢氧化钠中和过的去离子水，搅拌使其溶解。加 15 滴酚酞指示剂(8.1.9)，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色。

氢氧化钠标准滴定溶液的浓度 c(NaOH)按式(3)计算：

$$c(NaOH) = \frac{m_6 \times 1\,000}{V_1 \times 204.2} \quad \cdots\cdots(3)$$

式中：

c(NaOH)——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_1——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

m_6——苯二甲酸氢钾的质量，单位为克(g)；

204.2——苯二甲酸氢钾的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

8.2 试料量

称取 0.1 g(m_7)试样，精确至 0.000 1 g。

8.3 测定

将试料置于镍坩埚中，加约 2 g 氢氧化钾(8.1.2)，先低温熔融，经常摇动坩埚。然后，在 600 ℃～650 ℃继续熔融 15 min～20 min。旋转坩埚，使熔融物均匀地附着在坩埚内壁。冷却，用热水浸取熔融物于 300 mL 塑料杯中。盖上表面皿，一次加入 15 mL 硝酸(8.1.5)，再用少量盐酸(8.1.1)及水洗净坩埚，洗液并于塑料杯中，控制试液体积在 60 mL 左右。冷却至室温，用少量氯化钾溶液(8.1.6)洗涤塑料杯壁，在搅拌下加入氯化钾至过饱和(过饱和量控制在 0.5 g～1 g)，缓慢加入 10 mL 氟化钾溶液(8.1.8)，用塑料棒仔细搅拌，压碎大颗粒氯化钾，使其完全饱和，并有少量氯化钾析出，放置 10 min～15 min。用塑料漏斗以快速定性滤纸过滤，用氯化钾溶液(8.1.6)洗涤塑料杯 2 次～3 次，再洗涤滤纸一次。将滤纸和沉淀放回原塑料杯中，沿杯壁加入 10 mL 氯化钾乙醇溶液(8.1.7)及 1 mL 酚酞指示剂(8.1.9)。用氢氧化钠标准滴定溶液(8.1.10)中和未洗净的残余酸，仔细搅拌滤纸，并擦洗杯壁，直至试液呈现微红色不消失。加入 200 mL～250 mL 中和过的沸水，立即以氢氧化钠标准滴定溶液(8.1.10)滴定至微红色。

8.4 分析结果的计算

二氧化硅的质量分数(w_{SiO_2})按式(4)计算：

$$w_{SiO_2}=\frac{c(NaOH)\times V_2\times 15.02}{m_7\times 1\,000}\times 100 \qquad \cdots\cdots(4)$$

式中：

w_{SiO_2}——二氧化硅的质量分数，%；

$c(NaOH)$——氢氧化钠标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_2——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

m_7——8.2 中试料质量，单位为克(g)；

15.02——(1/4 二氧化硅)的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

9 三氧化二铝的测定(配位滴定法)

9.1 试剂

9.1.1 氢氟酸(HF 优级纯，ρ 约 1.15 g/mL)。

9.1.2 乙酸(CH_3COOH ρ 约 1.05 g/mL)。

9.1.3 硫酸(H_2SO_4 1+1)。

9.1.4 盐酸(HCl 1+1)。

9.1.5 氨水($NH_3\cdot H_2O$ 1+1)。

9.1.6 氢氧化钾溶液(200 g/L)：称取 20 g 氢氧化钾(KOH)于塑料杯中，加 100 mL 水溶解，储存于塑料瓶中。

9.1.7 六次甲基四胺溶液(200 g/L)：称取 200 g 六次甲基四胺($C_6H_{12}N_4$)于烧杯中，加水溶解，用水稀释至 1 L。

9.1.8 氧化钙标准溶液(1.00 mg/mL)：准确称取 1.784 8 g 预先经 105 ℃～110 ℃烘干 2 h 的碳酸钙($CaCO_3$，基准试剂)，于 200 mL 烧杯中，盖表面皿，加少量水，缓慢加入 20 mL 盐酸(9.1.4)溶解，加热微沸，以驱尽二氧化碳。冷却，移入 1 L 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。

9.1.9 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液(0.01 mol/L)：称取 3.7 g EDTA(乙二胺四乙酸二钠，$C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2\cdot 2H_2O$)于烧杯中，加入约 200 mL 水，加热溶解，用水稀释至 1 L。

EDTA 标准滴定溶液(0.01 mol/L)的标定：移取 10.00 mL 氧化钙标准溶液(1.00 mg/mL)于 300 mL 烧杯中，加约 150 mL 水，滴加氢氧化钾溶液(9.1.6)调节 pH 值近似为 12 后，再加 2 mL 氢氧化钾溶液(9.1.6)。加入适量的 CMP 混合指示剂(9.1.11)，用 EDTA 标准滴定溶液(9.1.9)滴定至绿色荧光完全消失并呈现红色。

EDTA 标准滴定溶液的浓度 c(EDTA)以 mol/L 表示，按式(5)计算，保留四位有效数字：

$$c(\mathrm{EDTA}) = \frac{m_8}{56.08 \times V_3} \quad \cdots\cdots(5)$$

式中：

c(EDTA)——EDTA 标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_3——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

m_8——氧化钙的毫克数(mg)；

56.08——氧化钙的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

9.1.10 乙酸锌标准滴定溶液(0.01 mol/L)：称取 2.1 g 乙酸锌[$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$]于烧杯中，加入少量水及 2 mL 乙酸溶液(9.1.2)，移入 1 L 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。

乙酸锌标准滴定溶液与 EDTA 标准滴定溶液体积比的测定：

移取 10.00 mL EDTA 标准滴定溶液(9.1.9)，于 300 mL 烧杯中，加约 150 mL 水，再加 5 mL 六次甲基四胺溶液(9.1.7)(此时溶液 pH 应为 5.5～5.8)和 3 滴～4 滴二甲酚橙指示剂(9.1.12)，用乙酸锌标准滴定溶液(9.1.10)滴定至溶液由黄色变为玫瑰红色。

乙酸锌标准滴定溶液与 EDTA 标准滴定溶液的体积比按式(6)计算：

$$K = \frac{10}{V_4} \quad \cdots\cdots(6)$$

式中：

K——每毫升乙酸锌标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的毫升数；

V_4——滴定时消耗乙酸锌标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)。

9.1.11 钙黄绿素-甲基百里香-酚酞混合指示剂(简称 CMP 混合指示剂)：称取 1.000 g 钙黄绿素、1.000 g 甲基百里香酚蓝、0.200 g 酚酞与 50 g 已在 105 ℃～110 ℃烘干过的硝酸钾，在玛瑙乳钵中仔细研磨混匀，贮存于磨口棕色瓶中。

9.1.12 二甲酚橙指示剂溶液(2 g/L)：称取 0.2 g 二甲酚橙，溶于 100 mL 水中。

9.2 试料量

称取 0.5 g(m_9)试样，精确至 0.000 1 g。

9.3 测定

将试料置于铂皿中，用少量水润湿，加 1 mL 硫酸(9.1.3)和 7 mL～10 mL 氢氟酸(9.1.1)，于低温电炉上蒸发至冒三氧化硫白烟。重复处理一次，逐渐升高温度，驱尽三氧化硫白烟。冷却，加 10 mL 盐酸(9.1.4)及适量水，加热溶解。冷却后，移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。此为试液(A)。供测定三氧化二铝、三氧化二铁、二氧化钛、氧化钙、氧化镁。

移取 25.00 mL 试液(A)于 300 mL 烧杯中，用滴定管准确加入 10.00 mL EDTA 标准滴定溶液(9.1.9)，以氨水(9.1.5)调节试液 pH 至 3～3.5，煮沸 2 min～3 min，冷却至室温，用水稀释到 200 mL 左右。加 5 mL 六次甲基四胺溶液(9.1.7)(此时溶液 pH 应为 5.5～5.8)和 3 滴～4 滴二甲酚橙指示剂(9.1.12)，用乙酸锌标准滴定溶液(9.1.10)滴定至试液由黄色变为玫瑰红。

9.4 分析结果的计算

三氧化二铝的质量分数($w_{Al_2O_3}$)按式(7)计算：

$$w_{Al_2O_3} = \frac{c(\mathrm{EDTA}) \times 50.98 \times (V_5 - K \times V_6) \times 10}{m_9 \times 1\,000} \times 100 - a w_{X1} \quad \cdots\cdots(7)$$

式中：

$w_{Al_2O_3}$——三氧化二铝的质量分数，%；

c(EDTA)——EDTA 标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_5——加入 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_6——滴定过量 EDTA 消耗乙酸锌标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

K——每毫升乙酸锌标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的毫升数；

m_9——9.2 中试料质量，单位为克(g)；

50.98——$(1/2Al_2O_3)$的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)；

w_{X1}——试样中金属氧化物的质量分数(%)；

a——三氧化二铁、二氧化钛、氧化铜、氧化锌、三氧化二钴、氧化镍、三氧化二铬、氧化镉、一氧化锰对三氧化二铝的换算系数，见表 1。

表 1 各氧化物对三氧化二铝的换算系数

氧化物名称	Fe_2O_3	TiO_2	CuO	ZnO	Co_2O_3	NiO	Cr_2O_3	CdO	MnO
换算系数	0.638 4	0.638 0	0.640 9	0.626 5	0.614 7	0.682 4	0.670 8	0.397 0	0.718 7

10 二氧化钛的测定(二安替比啉甲烷分光光度法)

10.1 试剂与仪器

10.1.1 焦硫酸钾($K_2S_2O_7$)。

10.1.2 盐酸(HCl 1+2)。

10.1.3 盐酸(HCl 1+11)。

10.1.4 硫酸(H_2SO_4 1+1)。

10.1.5 抗坏血酸溶液(10 g/L)：称取 1 g 抗坏血酸($C_6H_8O_6$)溶于 100 mL 水中(使用时配制)。

10.1.6 二安替比啉甲烷溶液(30 g/L)：称取 3 g 二安替比啉甲烷($C_{23}H_{24}N_4O_2$)溶于 100 mL 盐酸(10.1.3)中，过滤后使用。

10.1.7 二氧化钛标准溶液(0.10 mg/mL)：准确称取 0.100 0 g 预先经 800 ℃～950 ℃灼烧 1 h 的二氧化钛(TiO_2，光谱纯试剂)于铂坩埚中，加约 3 g 焦硫酸钾(10.1.1)，先在低温电炉上熔融，再移至喷灯上熔至呈透明状态。放冷后，用 20 mL 热硫酸(10.1.4)浸取熔块于预先盛有 80 mL 硫酸(10.1.4)的烧杯中，加热溶解，冷却后，移入 1 L 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。

10.1.8 二氧化钛标准溶液(0.010 mg/mL)：移取 100.00 mL 二氧化钛标准溶液(10.1.7)于 1 L 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。

10.1.9 分光光度计

10.2 标准曲线的绘制

移取 0 mL，1.00 mL，3.00 mL，5.00 mL，7.00 mL，9.00 mL 二氧化钛标准溶液(10.1.8)，分别放入一组 100 mL 容量瓶中，依次加入 10 mL 盐酸(10.1.2)，10 mL 抗坏血酸溶液(10.1.5)，20 mL 二安替比啉甲烷溶液(10.1.6)，用水稀释至标线，摇匀。放置 40 min 后，于分光光度计上，以试剂空白作参比，选用 2 cm 比色皿，在波长 430 nm 处测定溶液的吸光度，按测得的吸光度与比色溶液浓度的关系绘制标准曲线。

10.3 测定

移取 50.00 mL 试液(A)(9.3)于 100 mL 容量瓶中，依次加入 10 mL 盐酸(10.1.2)，10 mL 抗坏血酸溶液(10.1.5)，20 mL 二安替比啉甲烷溶液(10.1.6)，用水稀释至标线，摇匀。放置 40 min 后，于分光光度计上，以试剂空白作参比，选用 2 cm 比色皿，在波长 430 nm 处测定溶液的吸光度，从标准曲线上查得所分取试液中二氧化钛的含量(c_2)。

10.4 分析结果的计算

二氧化钛的质量分数(w_{TiO_2})按式(8)计算：

$$w_{TiO_2}=\frac{c_2\times 5}{m_9\times 1\,000}\times 100 \qquad \cdots\cdots(8)$$

式中：

w_{TiO_2}——二氧化钛的质量分数，%；

c_2——在标准曲线上查得所分取试液中二氧化钛的含量，单位为毫克(mg)；

m_9——9.2 中试料质量，单位为克(g)。

11 三氧化二铁的测定(邻菲啰啉分光光度法)

11.1 试剂与仪器

11.1.1 硝酸(HNO_3 ρ 约 1.42 g/mL)。

11.1.2 盐酸(HCl 1+1)。

11.1.3 氨水($NH_3 \cdot H_2O$ 1+1)。

11.1.4 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。称取 10 g 盐酸羟胺($NH_2OH \cdot HCl$)，溶于 100 mL 水中，摇匀。

11.1.5 酒石酸溶液(100 g/L)。称取 10 g 酒石酸($H_6C_4O_6$)，溶于 100 mL 水中，摇匀。

11.1.6 邻菲啰啉溶液(1 g/L)：称取 0.1 g 邻菲啰啉($C_{12}H_8N_2 \cdot 2H_2O$)溶于 10 mL 乙醇，加 90 mL 水混匀。

11.1.7 三氧化二铁标准溶液(0.10 mg/mL)：准确称取 0.100 0 g 预先经 105 ℃～110 ℃烘干 2 h 的三氧化二铁(Fe_2O_3，光谱纯试剂)于烧杯中，加 20 mL 盐酸(11.1.2)和 2 mL 硝酸(11.1.1)加热溶解。冷却，移入 1 L 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。

11.1.8 三氧化二铁标准溶液(0.02 mg/mL)：准确移取 100.00 mL 三氧化二铁标准溶液(11.1.7)放入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。

11.1.9 对硝基酚指示剂(5 g/L)：(7.1.11)。

11.1.10 分光光度计。

11.2 标准曲线的绘制

移取 0 mL，1.00 mL，3.00 mL，5.00 mL，7.00 mL，9.00 mL，11.00 mL 三氧化二铁标准溶液(11.1.8)，分别放入一组 100 mL 容量瓶中，用水稀释至 40 mL～50 mL。加 4 mL 酒石酸溶液(11.1.5)，加 1 滴～2 滴对硝基酚指示剂(11.1.9)，滴加氨水(11.1.3)至溶液呈现黄色，随即滴加盐酸至溶液刚无色。此时溶液 pH 值近似 5，加 2 mL 盐酸羟胺溶液(11.1.4)，10 mL 邻菲啰啉溶液(11.1.6)，用水稀释至标线，摇匀。放置 20 min 后，于分光光度计上，以试剂空白作参比，选用 1 cm 比色皿，在波长 510 nm 处测定溶液的吸光度，按测得的吸光度与比色溶液浓度的关系绘制标准曲线。

11.3 测定

移取 25.00 mL 试液 A(9.3)于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至 40 mL～50 mL，加 4 mL 酒石酸溶液(11.1.5)，加 1 滴～2 滴对硝基酚指示剂(11.1.9)，滴加氨水(11.1.3)至溶液呈现黄色，随即滴加盐酸至溶液刚无色。此时溶液 pH 值近似 5，加 2 mL 盐酸羟胺溶液(11.1.4)，10 mL 邻菲啰啉溶液(11.1.6)，用水稀释至标线，摇匀。放置 20 min 后，于分光光度计上，以试剂空白作参比，选用 1 cm 比色皿，在波长 510 nm 处测定溶液的吸光度，从标准曲线上查得三氧化二铁的含量(c_3)。

11.4 分析结果的计算

三氧化二铁的质量分数($w_{Fe_2O_3}$)按式(9)计算：

$$w_{Fe_2O_3} = \frac{c_3 \times 10}{m_9 \times 1\,000} \times 100 \qquad \cdots\cdots(9)$$

式中：

$w_{Fe_2O_3}$——三氧化二铁的质量分数，%；

c_3——在标准曲线上查得所分取试液中三氧化二铁的含量，单位为毫克(mg)；

m_9——9.2 中试料质量，单位为克(g)。

12 氧化钙的测定(配位滴定法)

12.1 试剂

12.1.1 三乙醇胺($C_6H_{15}NO_3$ 1+1)。

12.1.2 氢氧化钾溶液(200 g/L):(9.1.6)。

12.1.3 EDTA 标准滴定溶液(0.01 mol/L):(9.1.9)。

12.1.4 钙黄绿素-甲基百里香-酚酞混合指示剂(简称 CMP 混合指示剂):(9.1.11)。

12.1.5 盐酸羟胺($NH_2OH \cdot HCl$)。

12.2 测定

移取 25.00 mL 试液 A(9.3)于 300 mL 烧杯中,用水稀释至约 150 mL,加少量盐酸羟胺(12.1.5),加 3 mL 三乙醇胺(12.1.1),滴加氢氧化钾溶液(12.1.2)至溶液 pH 值近似为 12,再加 2 mL 氢氧化钾溶液(12.1.2)。加入适量 CMP 混合指示剂(12.1.4),用 EDTA 标准滴定溶液(12.1.3)滴定至绿色荧光完全消失并呈现红色。

12.3 分析结果的计算

氧化钙的质量分数(w_{CaO})按式(10)计算:

$$w_{CaO} = \frac{c(EDTA) \times V_7 \times 56.08 \times 10}{m_9 \times 1\,000} \times 100 \quad \cdots\cdots(10)$$

式中:

w_{CaO}——氧化钙的质量分数,%;

$c(EDTA)$——EDTA 标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_7——滴定氧化钙时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

56.08——CaO 的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

m_9——9.2 中的试料质量,单位为克(g)。

13 氧化镁的测定(配位滴定法)

13.1 试剂

13.1.1 三乙醇胺($C_6H_{15}NO_3$ 1+1):(12.1.1)。

13.1.2 氨水($NH_3 \cdot H_2O$ 1+1)。

13.1.3 氨水-氯化铵缓冲溶液(pH 为 10):称取 67.5 g 氯化铵溶于适量水中,加 570 mL 氨水(ρ 约 0.90 g/mL),然后用水稀释至 1 升。

13.1.4 EDTA 标准滴定溶液(0.01 mol/L):(9.1.9)。

13.1.5 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B(1∶3)混合指示剂(简称 K-B 指示剂):称取 1.000 g 酸性铬蓝 K、3.000 g 萘酚绿 B 与 50 g 已在 105 ℃～110 ℃烘干过的硝酸钾在玛瑙乳钵中仔细研磨混匀,贮存于磨口棕色瓶中。

13.1.6 盐酸羟胺($NH_2OH \cdot HCl$):(12.1.5)。

13.2 测定

移取 25.00 mL 试液(A)(9.3)于 300 mL 烧杯中,用水稀释至约 150 mL,加少量盐酸羟胺(13.1.6),加 3 mL 三乙醇胺(13.1.1),以氨水(13.1.2)调至 pH 值近似为 10,再加 10 mL 氨水-氯化铵缓冲溶液(13.1.3)及适量 K-B 指示剂(13.1.5),用 EDTA 标准滴定溶液(13.1.4)滴定至试液由紫红色变为蓝绿色。

13.3 分析结果的计算

氧化镁的质量分数(w_{MgO})按式(11)计算:

$$w_{MgO} = \frac{c(EDTA) \times (V_8 - V_7) \times 40.31 \times 10}{m_9 \times 1\,000} \times 100 \quad \cdots\cdots(11)$$

式中：

w_{MgO}——氧化镁的质量分数，%；

c(EDTA)——EDTA 标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_7——滴定氧化钙时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_8——滴定氧化镁时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

40.31——MgO 的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)；

m_9——9.2 中的试料质量，单位为克(g)。

14 三氧化硫的测定(硫酸钡重量法)

14.1 试剂

14.1.1 硝酸(HNO_3 ρ 约 1.42 g/mL)。

14.1.2 高氯酸($HClO_4$ ρ 约 1.67 g/mL)。

14.1.3 氢氟酸(HF 优级纯，ρ 约 1.15 g/mL)。

14.1.4 盐酸(HCl 1+1)。

14.1.5 氯化钡溶液(50 g/L)：称取 50 g 氯化钡($BaCl_2 \cdot 2H_2O$)，溶于 1 L 水中，摇匀。

14.1.6 硝酸银溶液(10 g/L)：称取 1 g 硝酸银($AgNO_3$)溶于 95 mL 水中，加入 5 mL 硝酸(14.1.1)，贮存于棕色瓶中。

14.2 试料量

称取 1.0 g(m_{10})试样，精确至 0.000 1 g。

14.3 测定

将试料置于铂皿中，加 2 mL 硝酸(14.1.1)，1 mL 高氯酸(14.1.2)和 10 mL 氢氟酸(14.1.3)，于低温电炉上缓慢加热蒸发至开始逸出高氯酸白烟。冷却，再加 2 mL 高氯酸(14.1.2)和 5 mL 氢氟酸(14.1.3)，继续加热蒸发至干，冷却，加 20 mL 水及 4 mL 盐酸(14.1.4)，加热至盐类完全溶解。将所得试液移入 300 mL 烧杯中，用水稀释至约 150 mL，加热微沸，在不断搅拌下滴加 5 mL 氯化钡溶液(14.1.5)，继续微沸约 10 min。移至温处静置约 1 h，再于室温下静置 4 h 或 12 h～24 h(仲裁分析须静置 12 h～24 h)。用慢速定量滤纸过滤，以温水洗涤沉淀至无氯根反应为止[用硝酸银溶液(14.1.6)检验]。

将滤纸及沉淀移入已恒量的铂坩埚中，灰化后，在 850 ℃灼烧 30 min，在干燥器中冷却至室温，称量。反复灼烧，直至恒量。

14.4 分析结果的计算

三氧化硫的质量分数(w_{SO_3})按式(12)计算：

$$w_{SO_3} = \frac{m_{11} \times 0.343\,0}{m_{10}} \times 100 \qquad \cdots\cdots(12)$$

式中：

w_{SO_3}——三氧化硫的质量分数，%；

m_{10}——14.2 中的试料质量，单位为克(g)；

m_{11}——灼烧后沉淀的质量，单位为克(g)；

0.343 0——硫酸钡对三氧化硫的换算系数。

15 五氧化二磷的测定(磷钒钼黄分光光度法)

15.1 试剂与仪器

15.1.1 硝酸(HNO_3 ρ 约 1.42 g/mL)。

15.1.2 硝酸(HNO_3 1+2)。

15.1.3 高氯酸($HClO_4$ ρ约1.67 g/mL)。

15.1.4 氢氟酸(HF优级纯,ρ约1.15 g/mL)。

15.1.5 钼酸铵-钒酸铵显色剂:

钼酸铵溶液(甲):称取25 g钼酸铵[$(NH_4)_6Mo_7O_{24}\cdot 4H_2O$]溶于约150 mL水中,加热至60 ℃,待溶解后,冷却(必要时过滤)用水稀释至250 mL,并加入1 mL硝酸(15.1.1)。

钒酸铵溶液(乙):称取0.75 g钒酸铵(NH_4VO_3)溶于150 mL水中,加热至60 ℃,待溶解后冷却,加15 mL硝酸(15.1.1),用水稀释至250 mL。

将甲、乙两溶液混合,混匀后保存在棕色瓶中。

15.1.6 五氧化二磷标准溶液(0.10 mg/mL):准确称取0.191 7 g预先经105 ℃～110 ℃烘干2 h的磷酸二氢钾(KH_2PO_4,基准试剂)溶于水中,移入1 L容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

15.1.7 分光光度计。

15.2 试料量

称取1.0 g(m_{12})试样,精确至0.000 1 g。

15.3 标准曲线的绘制

移取0 mL,2.50 mL,5.00 mL,7.50 mL,10.00 mL,12.50 mL,15.00 mL五氧化二磷标准溶液(15.1.6)于100 mL容量瓶中。加入5 mL硝酸(15.1.2),然后用水稀释至50 mL～60 mL,加入10 mL钼酸铵-钒酸铵显色剂(15.1.5),用水稀释至标线,摇匀。放置10 min后,于分光光度计上,以试剂空白作参比,选用1 cm的比色皿,在波长460 nm处测量溶液的吸光度,按测得的吸光度与比色溶液的关系绘制标准曲线。

15.4 测定

将试料置于铂皿中,用少量水润湿,加入5 mL～6 mL高氯酸(15.1.3)、2 mL～3 mL硝酸(15.1.1)和7 mL～10 mL氢氟酸(15.1.4),于低温电炉上蒸发至近干,用水冲洗皿壁,再加1 mL硝酸(15.1.1)继续蒸发至干,冷却,加5 mL硝酸(15.1.1)及适量水,加热溶解,冷却后,移入100 mL容量瓶中,溶液的体积保持在50 mL～60 mL,加入10毫升钼酸铵-钒酸铵显色剂(15.1.5),用水稀释至标线,摇匀。放置10 min后,于分光光度计上,以试剂空白作参比,选用1 cm的比色皿,在波长460 nm处测量溶液的吸光度,从标准曲线上查得五氧化二磷的含量(c_4)。

15.5 分析结果的计算

五氧化二磷的质量分数($w_{P_2O_5}$)按式(13)计算:

$$w_{P_2O_5}=\frac{c_4}{m_{12}\times 1\,000}\times 100 \qquad \cdots\cdots(13)$$

式中:

$w_{P_2O_5}$——五氧化二磷的质量分数,%;

c_4——在标准曲线上查得被测溶液中五氧化二磷的含量,单位为毫克(mg);

m_{12}——15.2中的试料质量,单位为克(g)。

16 三氧化二铁、氧化钙、氧化镁、氧化钾、氧化钠的测定(原子吸收光谱法)

16.1 试剂与仪器

16.1.1 氢氟酸(HF优级纯,ρ约1.15 g/mL)。

16.1.2 硝酸(HNO_3优级纯,ρ约1.42 g/mL)。

16.1.3 高氯酸($HClO_4$ 高纯,ρ约1.67 g/mL)。

16.1.4 盐酸(HCl优级纯 1+1)。

16.1.5 氯化锶溶液(200 g/L):称取 200 g 氯化锶($SrCl_2 \cdot 6H_2O$)溶于 1 L 水中,摇匀,贮存于塑料瓶中。

16.1.6 氧化钠标准溶液(1.00 mg/mL):准确称取 1.885 9 g 预先经 400 ℃～500 ℃灼烧至恒量并冷却至室温的氯化钠(NaCl,基准试剂或光谱纯试剂)溶于水中,移入 1 L 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮存于塑料瓶中。

16.1.7 氧化钾标准溶液(1.00 mg/mL):准确称取 1.583 0 g 预先经 400 ℃～500 ℃灼烧至恒量并冷却至室温的氯化钾(KCl,基准试剂或光谱纯试剂)溶于水中,移入 1 L 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮存于塑料瓶中。

16.1.8 氧化钙标准溶液(1.00 mg/mL):准确称取 1.784 8 g 预先经 105 ℃～110 ℃烘干 2 h 的碳酸钙($CaCO_3$,基准试剂),于 200 mL 烧杯中,盖表面皿,加少量水,加 20 mL 盐酸(16.1.4)溶解,加热微沸,以驱尽二氧化碳,冷却,移入 1 L 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮存于塑料瓶中。

16.1.9 氧化镁标准溶液(1.00 mg/mL):准确称取 0.500 0 g 预先经 950 ℃灼烧 2 h 的氧化镁(MgO,光谱纯试剂),用水润湿,加 20 mL 盐酸(16.1.4),加热溶解,冷却,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮存于塑料瓶中。

16.1.10 三氧化二铁标准溶液(1.00 mg/mL):准确称取 0.500 0 g 预先经 105 ℃～110 ℃烘干 2 h 的三氧化二铁(Fe_2O_3,光谱纯试剂) 于 200 mL 烧杯中,加入 40 mL 盐酸(16.1.4)、2 mL 硝酸(16.1.2),加热溶解,冷却。移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮存于塑料瓶中。

16.1.11 混合标准溶液(20 μg/mL):分别移取 20.00 mL 氧化钾(16.1.7)、氧化钠(16.1.6)、氧化钙(16.1.8)、氧化镁(16.1.9)、三氧化二铁(16.1.10)标准溶液,放入同一个 1L 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

16.1.12 标准系列溶液:准确移取混合标准溶液(16.1.11)5.00 mL,10.00 mL,15.00 mL,20.00 mL,25.00 mL,30.00 mL,35.00 mL,40.00 mL 分别放入一组 100 mL 容量瓶中,加 4 mL 盐酸(16.1.4)和 5 mL 氯化锶溶液(16.1.5),用水稀释至标线,摇匀。此标准系列溶液中氧化钾、氧化钠、氧化钙、氧化镁、三氧化二铁浓度分别为 1.00 μg/mL,2.00 μg/mL,3.00 μg/mL,4.00 μg/mL,5.00 μg/mL,6.00 μg/mL,7.00 μg/mL,8.00 μg/mL。

16.2 原子吸收光谱仪,采用空气-乙炔火焰,铁灯在 248.3 nm、钙灯在 422.7 nm、镁灯在 285.2 nm、钾灯在 766.5 nm、钠灯在 589.0 nm 处。空气和乙炔气体要足够纯净(不含水、油、钙、镁、钾、钠、铁),以提供稳定清澈的贫燃火焰。

16.3 试料量

称取 0.1 g(m_{13})试样,精确至 0.000 1 g。

16.4 测定

将试料置于铂皿中,用少量水润湿,加 1 mL 高氯酸(16.1.3)和 10 mL～15 mL 氢氟酸(16.1.1),于低温电炉上加热分解,蒸发至糊状,用水冲洗皿壁,再加 0.5 mL 高氯酸(16.1.3),继续加热蒸发至高氯酸白烟冒尽。冷却后,加约 20 mL 水和 8 mL 盐酸(16.1.4),缓慢加热 20 min～30 min,待残渣全部溶解后,冷却至室温移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此为试液(B)。测定三氧化二铁直接用试液(B)。测定氧化钙、氧化镁和氧化钾时,移取 20 mL 试液(B)于 100 mL 容量瓶中,加 4 mL 盐酸(16.1.4)及 5 mL 氯化锶溶液(16.1.5),用水稀释至标线,摇匀;测定氧化钠时,移取 10 mL 试液(B)于 100 mL 容量瓶中。加 4 mL 盐酸(16.1.4)及 5mL 氯化锶溶液(16.1.5),用水稀释至标线,摇匀。

将仪器调节至最佳工作状态,用空气-乙炔火焰,以试剂空白作参比,对试液和标准系列溶液进行测定。如果试样溶液和标准系列溶液浓度接近则按直接比较法计算,否则,需测定两个参考标准,按内插法计算。

直接比较法按式(14)计算:

$$c_{X1} = \frac{A_{X1}}{A_{标1}} \times c_{标1} \quad \cdots\cdots(14)$$

式中：

c_{X1}——被测溶液中各氧化物浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

$c_{标1}$——标准溶液浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

A_{X1}——被测溶液的吸光度；

$A_{标1}$——标准溶液的吸光度。

内插法按式(15)计算：

$$c_{X2} = c_5 + \frac{c_6 - c_5}{A_2 - A_1}(A_{X2} - A_1) \quad \cdots\cdots(15)$$

式中：

c_{X2}——被测溶液中各氧化物浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

c_5、c_6——标准溶液浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

A_1、A_2——标准溶液吸光度；

A_{X2}——被测溶液的吸光度。

16.5 分析结果的计算

各氧化物的质量分数(w_{X2})按式(16)计算：

$$w_{X2} = \frac{c_{X3} \times V_9 \times n}{m_{13} \times 10^6} \times 100 \quad \cdots\cdots(16)$$

式中：

w_{X2}——各氧化物的质量分数，%；

c_{X3}——被测溶液中各氧化物浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

V_9——测量溶液的体积，单位为毫升(mL)；

n——被测溶液稀释倍数；

m_{13}——16.3 中的试料质量，单位为克(g)。

17 氧化钾和氧化钠的测定(火焰光度法)

17.1 试剂与仪器

17.1.1 氢氟酸(HF 优级纯，ρ 约 1.15 g/mL)。

17.1.2 硫酸(H_2SO_4 优级纯 1+1)。

17.1.3 盐酸(HCl 优级纯 1+1)。

17.1.4 氧化钾标准溶液(1.00 mg/mL)：(16.1.7)。

17.1.5 氧化钠标准溶液(5.00 mg/mL)：准确称取 4.714 7 g 预先经 400 ℃～500 ℃灼烧至恒量并冷却至室温的氯化钠(NaCl，基准试剂或光谱纯试剂)溶于水中，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。贮存于塑料瓶中。

17.1.6 混合标准溶液(氧化钾 0.10 mg/mL，氧化钠 1.00 mg/mL)：分别移取 10.00 mL 氧化钾溶液(17.1.4)和 20.00 mL 氧化钠标准溶液(17.1.5)，放入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。得到混合标准溶液。

17.1.7 混合标准溶液系列：准确移取混合标准溶液(17.1.6)1.00 mL，2.00 mL，3.00 mL，4.00 mL，5.00 mL，6.00 mL，7.00 mL，分别放入一组 100 mL 容量瓶中(每份溶液中氧化钾和氧化钠的含量之比为 1∶10)，加入 2 mL 盐酸(17.1.3)，用水稀释至标线，摇匀。

17.1.8 火焰光度计。

17.2 试料量

称取 0.1 g(m_{14})试样，精确至 0.000 1 g。

17.3 测定

将试料置于铂皿中，用少量水润湿，加 4 滴～5 滴硫酸(17.1.2)和 7 mL～10 mL 氢氟酸(17.1.1)，于低温电炉上蒸发至干，逐渐升高温度驱尽三氧化硫白烟。取下，冷却，加约 30 mL 水及 5 mL 盐酸(17.1.3)，缓慢加热 20 min～30 min，待残渣全部溶解后，冷却，移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。此为试液(C)供测定氧化钾。

移取 50.00 mL 试液(C)于 100 mL 容量瓶中，加 1 mL 盐酸(17.1.3)用水稀释至标线，摇匀。此为试液(D)供测定氧化钠。

17.4 计算结果的表示

在火焰光度计上用曲线法(或内插法)进行氧化钾和氧化钠的测定。

氧化钾及氧化钠的质量分数(w_{K_2O}、w_{Na_2O})按式(17)、(18)计算：

$$w_{K_2O} = \frac{c_7 \times 250}{m_{14} \times 1\,000} \times 100 \qquad \cdots\cdots(17)$$

$$w_{Na_2O} = \frac{c_8 \times 250 \times 2}{m_{14} \times 1\,000} \times 100 \qquad \cdots\cdots(18)$$

式中：

w_{K_2O}——氧化钾的质量分数，%；

w_{Na_2O}——氧化钠的质量分数，%；

c_7——在氧化钾标准曲线上查得被测溶液中氧化钾的含量，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

c_8——在氧化钠标准曲线上查得被测溶液中氧化钠的含量，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

m_{14}——17.2 中的试料质量，单位为克(g)。

18 三氧化二铝、三氧化二铁、氧化钙、氧化镁、氧化钾、氧化钠、二氧化钛、五氧化二磷的测定(等离子体发射光谱法)

18.1 试剂与仪器

18.1.1 氢氟酸(HF 优级纯，ρ 约 1.15 g/mL)。

18.1.2 高氯酸($HClO_4$ 高纯，ρ 约 1.67 g/mL)。

18.1.3 盐酸(HCl 优级纯，ρ 约 1.19 g/mL)。

18.1.4 盐酸(HCl 优级纯 1+1)。

18.1.5 硫酸(H_2SO_4 优级纯 1+9)。

18.1.6 硝酸(HNO_3 优级纯，ρ 约 1.42 g/mL)。

18.1.7 硝酸(HNO_3 优级纯 1+1)。

18.1.8 硫酸(H_2SO_4 优级纯，ρ 约 1.84 g/mL)。

18.1.9 三氧化二铝标准溶液(1.00 mg/mL)：称取已在硅胶干燥器内存放过夜的金属铝(Al，光谱纯试剂)0.529 3 g，置于 200 mL 烧杯中，盖表面皿，加 20 mL 水，40 mL 盐酸(18.1.4)，滴加 1 mL～2 mL 硝酸(18.1.6)，低温加热使其完全溶解，再微沸数分钟，取下冷却至室温后，移入 1 L 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。贮存于塑料瓶中。

18.1.10 二氧化钛标准溶液(1.00 mg/mL)：称取已在硅胶干燥器内存放过夜的金属钛(Ti，光谱纯试剂)0.299 7 g 置于铂皿中，加少许水润湿，慢慢滴加氢氟酸(18.1.1)使样品溶解，再滴加硝酸(18.1.6)使低价钛完全氧化，加入 10 mL 硫酸(18.1.8)，在电炉上低温蒸发近干，再逐渐升温至白烟冒尽，取下冷却，加硫酸溶液(18.1.5)并用硫酸(18.1.5)代替水将铂皿中的溶液移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。贮存于塑料瓶中。

18.1.11 氧化镁标准溶液(1.00 mg/mL):准确称取 0.500 0 g 预先经 950 ℃灼烧至恒量的氧化镁(MgO,光谱纯试剂)用水润湿,加 20 mL 盐酸(18.1.4),加热溶解,冷却,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮存于塑料瓶中。

18.1.12 三氧化二铁标准溶液(1.00 mg/mL):准确称取 0.500 0 g 预先经 105 ℃～110 ℃烘干 2 h 的三氧化二铁(Fe_2O_3,光谱纯试剂),溶于 40 mL 盐酸(18.1.4)和 2 mL 硝酸(18.1.6)中,加热溶解,冷却。移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮存于塑料瓶中。

18.1.13 氧化钾标准溶液(1.00 mg/mL):准确称取 1.583 0 g 预先经 400 ℃～500 ℃灼烧至恒量并冷却至室温的氯化钾(KCl,基准试剂或光谱纯试剂),溶于水中,移入 1 L 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮存于塑料瓶中。

18.1.14 氧化钙标准溶液(0.50 mg/mL):准确称取 0.892 4 g 预先经 105 ℃～110 ℃烘干 2 h 的碳酸钙($CaCO_3$,基准试剂),于 200 mL 烧杯中,盖表面皿,加少量水,加 20 mL 盐酸(18.1.4)溶解,加热微沸,以驱尽二氧化碳,冷却,移入 1 L 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮存于塑料瓶中。

18.1.15 氧化钠标准溶液(0.50 mg/mL):准确称取 0.943 0 g 预先经 400 ℃～500 ℃灼烧至恒量并冷却至室温的氯化钠(NaCl,基准试剂或光谱纯试剂)溶于水中,移入 1 L 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,贮存于塑料瓶中。

18.1.16 五氧化二磷标准溶液(0.10 mg/mL):准确称取 0.191 7 g 预先经 105 ℃～110 ℃烘干 2 h 的磷酸二氢钾(KH_2PO_4,基准试剂)溶于水中,移入 1 L 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

18.1.17 混合标准过渡溶液[三氧化二铝、三氧化二铁、氧化镁、氧化钾、二氧化钛(均为 100 μg/mL)、五氧化二磷(10 μg/mL)混合标准过渡溶液]:分别准确移取 100.00 mL 三氧化二铝(18.1.9)、三氧化二铁(18.1.12)、氧化镁(18.1.11)、氧化钾(18.1.13)、二氧化钛(18.1.10)、五氧化二磷(18.1.16)标准溶液,放入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

18.1.18 氧化钠标准过渡溶液(100 μg/mL):准确移取 200.00 mL 氧化钠标准溶液(18.1.15)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

18.1.19 氧化钙标准过渡溶液(100 μg/mL):准确移取 200.00 mL 氧化钙标准溶液(18.1.14)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

18.1.20 高浓度标准溶液:准确移取 20.00 mL 混合标准过渡溶液(18.1.17),放入 100 mL 容量瓶中,再准确移取 15 mL 氧化钠标准溶液(18.1.15)和 10 mL 氧化钙标准溶液(18.1.14),放入同一个 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(18.1.7),用水稀释至标线,摇匀。得到氧化钠为 75 μg/mL,氧化钙为 50 μg/mL,氧化二铝、三氧化二铁、氧化镁、氧化钾、二氧化钛各为 20 μg/mL,五氧化二磷为 2 μg/mL 的混合标准溶液,此溶液在后续分析中作为高浓度标准溶液。

18.1.21 低浓度标准溶液:分别准确移取 20.00 mL 氧化钠标准过渡溶液(18.1.18)和 10.00 mL 氧化钙标准过渡溶液(18.1.19)放入 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(18.1.7),用水稀释至标线,摇匀。得到氧化钠为 20 μg/mL,氧化钙为 10 μg/mL,三氧化二铝、三氧化二铁、氧化镁、氧化钾、二氧化钛、五氧化二磷各为 0 μg/mL 的混合标准溶液,此溶液在后续分析中作为低浓度标准溶液。

18.1.22 等离子体发射光谱仪。

18.2 试料量

称取 0.1 g(m_{15})试样(测五氧化二磷时,试料量为 0.5 g～1.0 g),精确至 0.000 1 g。

18.3 测定

将试料置于铂金皿中,用水润湿,加 1 mL 高氯酸(18.1.2),10 mL～15 mL 氢氟酸(18.1.1)。将铂金皿置于电热板上低温加热,蒸发至糊状,用水冲洗四壁,再加 0.5 mL 高氯酸(18.1.2),加热蒸发至干,冷却,加 10 mL 硝酸(18.1.7)及适量水,加热溶解,冷却后,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

在分析样品前,预先将等离子体发射光谱仪电路通电,稳定后,按仪器要求编制分析控制程序。打

开仪器的气路、水路，接通高频电源，用工作气体将管路和雾化系统内的空气排除干净，点燃等离子体火焰。仪器的输出功率控制为 1.1 kW，反射功率小于 10 W，冷却气流量 16 L/min，进样量 1 mL/min～2 mL/min，待仪器工作 15 min～30 min 稳定后，按照分析控制程序分别吸入低浓度标准溶液(18.1.21)和高浓度标准溶液(18.1.20)进行仪器的标准化，建立标准曲线。完成标准化工作后，按程序吸入样品溶液，转入样品分析，测定样品溶液中各氧化物的浓度。

分析过程中穿插测试试剂空白溶液和硝酸溶液(18.1.7)，确定试剂空白的大小，并加以扣除。如果发现存在明显的试剂空白，则需更新带来空白效应的试剂，重新分析。

18.4 分析结果的表示

每种氧化物的质量分数(w_{X3})按式(19)计算：

$$w_{X3}=\frac{c_{X3}\times V_{10}}{m_{15}\times 10^{6}}\times 100 \qquad \cdots\cdots(19)$$

式中：

w_{X3}——分别为各氧化物的质量分数，%；

c_{X3}——被测溶液中各氧化物的浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

V_{10}——测量溶液的体积，单位为毫升(mL)；

m_{15}——18.2 中的试料质量，单位为克(g)。

19 氧化铜、氧化锌、三氧化二钴、氧化镍、三氧化二铬、氧化镉、一氧化锰的测定(原子吸收光谱法)

19.1 试剂与仪器

19.1.1 氢氟酸(HF 优级纯，ρ 约 1.15 g/mL)。

19.1.2 高氯酸($HClO_4$ 高纯，ρ 约 1.67 g/mL)。

19.1.3 盐酸(HCl 优级纯，ρ 约 1.19 g/mL)。

19.1.4 盐酸(HCl 优级纯，1+1)。

19.1.5 硝酸(HNO_3 优级纯，ρ 约 1.42 g/mL)。

19.1.6 硝酸(HNO_3 优级纯，1+1)。

19.1.7 氧化铜标准溶液(1.00 mg/mL)：准确称取经 105 ℃～110 ℃烘干的氧化铜(CuO，高纯或光谱纯试剂)0.500 0 g，置于 200 mL 玻璃烧杯中，加入 15 mL 盐酸(19.1.4)和 3 mL 硝酸(19.1.5)，加热至近干，再加 5 mL 硝酸(19.1.5)，使残渣溶解，完全溶解后冷却，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。贮存于塑料瓶中。

19.1.8 氧化锌标准溶液(1.00 mg/mL)：准确称取经表面处理过的高纯金属锌(Zn，高纯或光谱纯试剂)0.401 7 g，置于 200 mL 玻璃烧杯中，加入 20 mL 盐酸(19.1.4)和 3 mL 硝酸(19.1.5)，加热完全溶解后冷却，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。贮存于塑料瓶中。

19.1.9 三氧化二钴标准溶液(1.00 mg/mL)：准确称取经 105 ℃～110 ℃烘干的三氧化二钴(Co_2O_3，高纯或光谱纯试剂)0.500 0 g，置于 200 mL 玻璃烧杯中，加入 15 mL 盐酸(19.1.4)和 3 mL 硝酸(19.1.5)，加热至近干，再加 5mL 硝酸(19.1.5)，使残渣溶解，完全溶解后冷却，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。贮存于塑料瓶中。

19.1.10 氧化镍标准溶液(1.00 mg/mL)：准确称取经 105 ℃～110 ℃烘干不少于 2 h 的氧化镍(NiO，高纯或光谱纯试剂)0.500 0 g，置于 200 mL 玻璃烧杯中，加入 15 mL 盐酸(19.1.4)和 3 mL 硝酸(19.1.5)，加热溶解后，加热至近干，再加 5 mL 硝酸(19.1.5)，使残渣溶解，完全溶解后冷却，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。贮存于塑料瓶中。

19.1.11 三氧化三铬标准溶液(1.00 mg/mL)：准确称取经 105 ℃～110 ℃烘干的三氧化三铬(Cr_2O_3，高纯或光谱纯试剂)0.500 0 g，置于 200 mL 玻璃烧杯中，加 15 mL 盐酸(19.1.4)和 3 mL 硝酸

(19.1.5),加热至近干,再加 5 mL 硝酸(19.1.5),使残渣溶解,完全溶解后冷却,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮存于塑料瓶中。

19.1.12 氧化镉标准溶液(1.00 mg/mL):准确称取经表面处理过的高纯金属镉(Cd,高纯或光谱纯试剂)0.437 7 g,置于 200 mL 玻璃烧杯中,加入 50 mL 盐酸(19.1.4)和 3 mL 硝酸(19.1.5),加热完全溶解后再加 5 mL 硝酸,冷却,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮存于塑料瓶中。

19.1.13 一氧化锰标准溶液(1.00 mg/mL):准确称取经 105 ℃～110 ℃烘干的一氧化锰(MnO,高纯或光谱纯试剂)0.500 0 g,置于 200 mL 玻璃烧杯中,加入 15 mL 盐酸(19.1.4)和 3 mL 硝酸(19.1.5),加热溶解后,加热至近干,再加 5 mL 硝酸(19.1.5),使残渣溶解,完全溶解后冷却,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮存于塑料瓶中。

19.1.14 氧化铜、氧化锌、三氧化二钴、氧化镍、三氧化二铬、氧化镉、一氧化锰混合标准溶液(100 μg/mL):分别准确移取 100 mL 氧化铜标准溶液(19.1.7)、氧化锌标准溶液(19.1.8)、三氧化二钴标准溶液(19.1.9)、氧化镍标准溶液(19.1.10)、三氧化二铬标准溶液(19.1.11)、氧化镉标准溶液(19.1.12)、一氧化锰标准溶液(19.1.13)于同一个 1 L 容量瓶中,补加 10 mL 盐酸(19.1.4),用水稀释至标线,摇匀。

19.1.15 氧化铜、氧化锌、三氧化二钴、氧化镍、三氧化二铬、氧化镉、一氧化锰混合标准溶液(10 μg/mL):准确移取 100.00 mL 混合标准溶液(19.1.14),放入 1L 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

19.1.16 标准系列溶液:准确移取混合标准溶液(19.1.15)5.00 mL,10.00 mL,15.00 mL,20.00 mL,25.00 mL,30.00 mL,35.00 mL,40.00 mL 分别放入一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 10 mL 盐酸(19.1.4),用水稀释至标线,摇匀。此标准系列溶液中氧化铜、氧化锌、三氧化二钴、氧化镍、三氧化二铬、氧化镉、一氧化锰浓度分别为 0.50 μg/mL,1.00 μg/mL,1.50 μg/mL,2.00 μg/mL,2.50 μg/mL,3.00 μg/mL,3.50 μg/mL,4.00 μg/mL。

19.1.17 原子吸收光谱仪。

19.2 试料量

称取 0.1 g(m_{16})试样,精确至 0.000 1 g。

19.3 测定

将试料置于铂金皿中,用水润湿,加 1 mL 高氯酸(19.1.2),10 mL～15 mL 氢氟酸(19.1.1)。将铂金皿置于电热板上低温加热,蒸发至糊状,用水冲洗内壁,再加 0.5 mL 高氯酸(19.1.2),加热蒸发至干,冷却,加 10 mL 盐酸(19.1.4)及适量水,加热溶解,冷却后,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。采取与样品相同的分析步骤做试剂空白。

将仪器调节至最佳工作状态,用空气-乙炔火焰,以试剂空白作参比,对试液和标准系列溶液进行测定。如果试样溶液和标准系列溶液浓度接近则按直接比较法计算。

各氧化物的测量波长如表 2 所示。

表 2 各氧化物的测量波长

氧化物名称	CuO	ZnO	Co_2O_3	NiO	Cr_2O_3	CdO	MnO
波长/nm	324.8	213.9	240.7	232.0	357.9	228.8	279.5

19.4 计算结果的表示

直接比较法按式(20)计算:

$$c_{X4} = \frac{A_{X2}}{A_{标2}} \times c_{标2} \qquad \cdots\cdots(20)$$

式中:

c_{X4}——被测溶液中各氧化物浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

$c_{标2}$——标准溶液浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

A_{X2}——被测溶液的吸光度；

$A_{标2}$——标准溶液的吸光度。

每种氧化物的质量分数(w_{X4})按式(21)计算：

$$w_{X4}=\frac{c_{X4}\times V_{11}}{m_{16}\times 10^{6}}\times 100 \qquad \cdots\cdots(21)$$

式中：

w_{X4}——氧化物的质量分数，%；

c_{X4}——被测溶液中各氧化物的浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

V_{11}——测量溶液的体积，单位为毫升(mL)；

m_{16}——19.2 中的试料质量，单位为克(g)。

20 氧化铜、氧化锌、三氧化二钴、氧化镍、三氧化二铬、氧化镉、一氧化锰的测定(等离子体发射光谱法)

20.1 试剂与仪器

20.1.1 氢氟酸(HF 优级纯，ρ 约 1.15 g/mL)。

20.1.2 高氯酸($HClO_4$ 高纯，ρ 约 1.67 g/mL)。

20.1.3 硝酸(HNO_3 优级纯，ρ 约 1.42 g/mL)。

20.1.4 硝酸(HNO_3 优级纯 1+1)。

20.1.5 高浓度标准溶液(10 μg/mL)：移取混合标准溶液(19.1.14)10.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸(20.1.3)，用水稀释至标线，摇匀。得到氧化铜、氧化锌、三氧化二钴、氧化镍、三氧化二铬、氧化镉、一氧化锰浓度分别 10.00 μg/mL 的混合标准溶液，此溶液在后续分析中作为高浓度标准溶液。

20.1.6 低浓度标准溶液(0.10 μg/mL)：移取混合标准溶液(19.1.15)1.00 置于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸(20.1.3)，用水稀释至标线，摇匀。得到氧化铜、氧化锌、三氧化二钴、氧化镍、三氧化二铬、氧化镉、一氧化锰浓度为 0.10 μg/mL 的混合标准溶液，此溶液在后续分析中作为低浓度标准溶液。

20.1.7 等离子体发射光谱仪。

20.2 试料量

称取 0.5 g(m_{17})试样，精确至 0.000 1 g。

20.3 测定

将试料置于铂金皿中，用水润湿，加 1 mL 高氯酸(20.1.2)，10 mL～15 mL 氢氟酸(20.1.1)。将铂金皿置于电热板上低温加热，蒸发至糊状，用水冲洗内壁，再加 0.5 mL 高氯酸(20.1.2)，加热蒸发至干，冷却，加 10 mL 硝酸(20.1.4)及适量水，加热溶解，冷却后，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。采取与试样相同的分析步骤做试剂空白。

在分析样品前，预先将等离子体发射光谱仪电路通电，稳定后，按仪器要求编制分析控制程序。打开仪器的气路、水路，接通高频电源，用工作气体将管路和雾化系统内的空气排除干净，点燃等离子体火焰。仪器的输出功率控制为 1.1 kW，反射功率小于 10 W，冷却气流量 16 L/min，进样量 1 mL/min～2 mL/min，待仪器工作 15 min～30 min 稳定后，按照分析控制程序分别吸入低浓度标准溶液(20.1.6)和高浓度标准溶液(20.1.5)进行仪器的标准化，建立标准曲线。完成标准化工作后，按程序吸入样品溶液转入样品分析，确定样品溶液中各氧化物的浓度。

分析过程中穿插测试试剂空白溶液和硝酸溶液(20.1.4)，确定试剂空白的大小，并加以扣除。如果发现存在明显的试剂空白，则需更新带来空白效应的试剂重新分析。

20.4 分析结果的表示

每种氧化物的质量分数(w_{X5})按式(22)计算：

$$w_{X5}=\frac{c_{X5}\times V_{12}}{m_{17}\times 10^{6}}\times 100 \qquad \cdots\cdots(22)$$

式中：

w_{X5}——分别为各氧化物的质量分数，%；

c_{X5}——被测溶液中各氧化物的浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

V_{12}——测量溶液的体积，单位为毫升(mL)；

m_{17}——20.2 中的试料质量，单位为克(g)。

21 分析结果的允许误差

21.1 分析结果允许的误差范围见表 3。

表 3 分析结果允许的误差范围 %

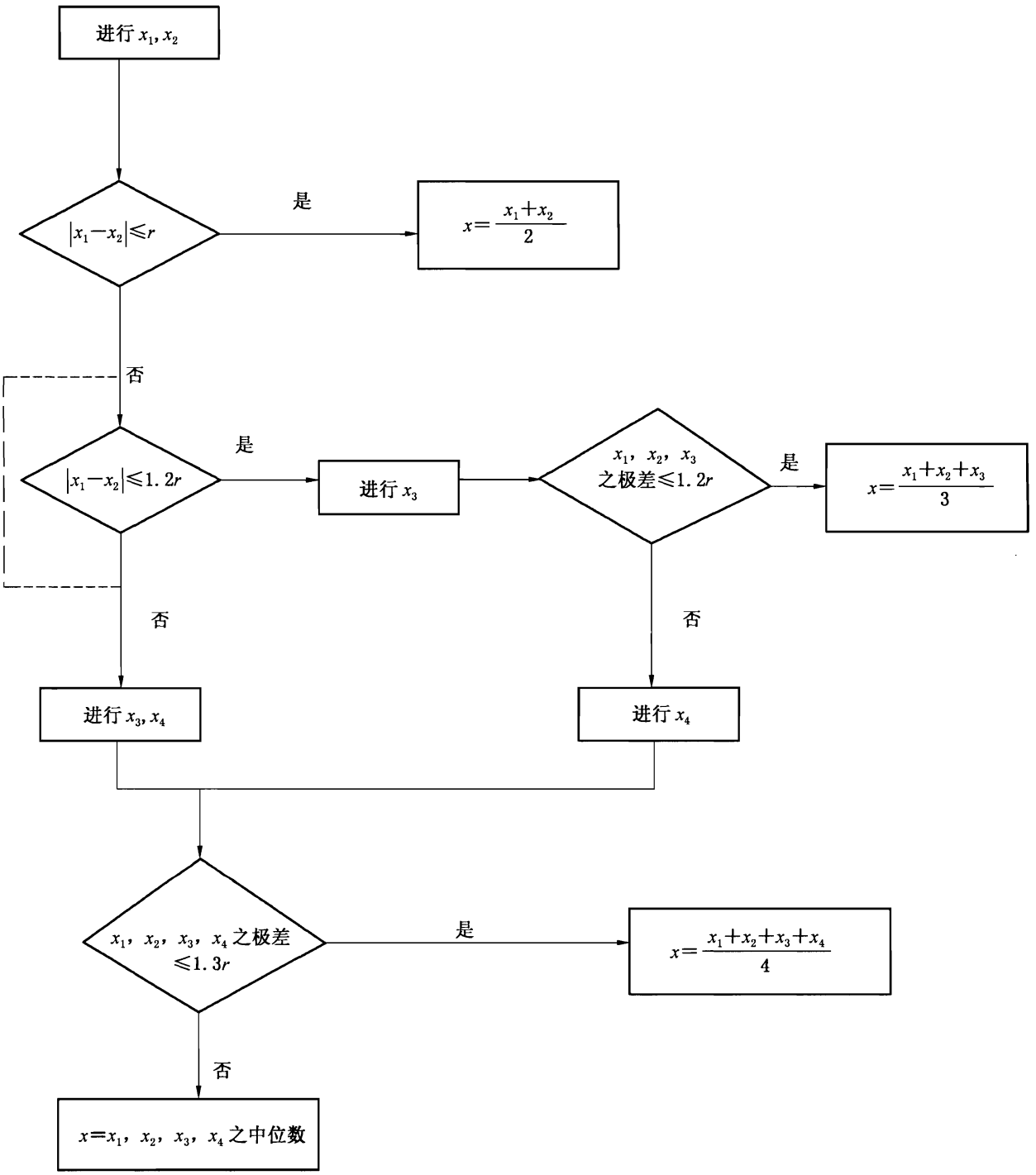
测定项目	含量范围	A	B
		重复性极限	再现性极限
L.O.I	<1.0	0.05	0.06
SiO_2	>50	0.20	0.25
Al_2O_3	<5	0.06	0.08
TiO_2	<0.5	0.01	0.01
Fe_2O_3	<0.5	0.01	0.02
CaO	<10	0.10	0.15
MgO	<10	0.10	0.15
K_2O	<5	0.05	0.07
Na_2O	>10	0.20	0.25
SO_3	<0.5	0.03	0.04
P_2O_5	<0.2	0.02	0.03
CuO	<0.2	0.005	0.01
ZnO	<0.2	0.005	0.01
Co_2O_3	<0.2	0.005	0.01
NiO	<0.2	0.005	0.01
Cr_2O_3	<0.2	0.005	0.01
CdO	<0.2	0.005	0.01
MnO	<0.2	0.005	0.01

21.2 在采用本方法测定同一试样时，同一试验室的同一分析人员，须重复进行两次测定，两次分析结果之差应符合 A 项规定，如超出 A 项规定，须进行第三次测定，所得分析结果与前两次分析结果中之一次之差符合 A 项规定时，则取其平均值，否则应查找原因，重新进行测定。

21.3 在采用本方法测定同一试样时，同一试验室的两个分析人员所得分析结果之差应符合 A 项规定，如超出 A 项规定，须找第三者按本标准同一方法进行测定，分析结果与前者或其中之一的分析结果之差符合 A 项规定时，则取其平均值。

21.4 在采用本方法测定同一试样时，不同试验室所得的分析结果之差应符合 B 项规定。如有争议，应共同商定由另一单位按仲裁分析方法进行测定。以仲裁单位报出的分析结果为准，与两个单位的分析结果比较，若与其中任何一方分析结果之差符合 B 项规定，则认为此分析结果是准确的，对超出 B 项规定的分析结果，则认为是不准确的。

附 录 A
（规范性附录）
验收分析值程序



x_i——分析值；
r——允许差。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钠钙硅玻璃化学分析方法
GB/T 1347—2008
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045
网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
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 1.75 字数 38 千字
2009 年 1 月第一版 2009 年 1 月第一次印刷
*
书号:155066·1-35272 定价 22.00 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)68533533

GB/T 1347-2008