



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 28209—2011

## 硼硅酸盐玻璃化学分析方法

Methods for chemical analysis of borosilicate glasses

2011-12-30 发布

2012-09-01 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

本标准依据 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国玻璃仪器标准化技术委员会(SAC/TC 178)归口。

本标准起草单位：国家轻工业玻璃产品质量监督检测中心。

本标准主要起草人：袁春梅、丁翠霞、梁叶、鲍剑。

## 硼硅酸盐玻璃化学分析方法

### 1 范围

本标准规定了硼硅酸盐玻璃中主要成分的化学测定方法。

本标准适用于以二氧化硅、三氧化二硼、三氧化二铝、三氧化二铁、氧化钾、氧化钠为主要成分的仪器玻璃,以及组成与之类似的玻璃化学分析方法。

### 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1

**允许差值 allowable error**

本标准所列允许差值均为绝对误差。

#### 3.2

**溶液 solution**

在没有特别指出时,本标准所指溶液均为水溶液。

#### 3.3

**试剂空白溶液 reagent blank solution**

在不加试样的情况下,采用完全相同的分析步骤和试剂用量,进行常规测试所得溶液。

### 4 试剂

本标准所用试剂均为化学纯或化学纯以上的试剂。

4.1 蒸馏水或去离子水应符合 GB/T 6682 的要求。

4.2 10 mol/L 硝酸(GB 626):取 333 mL 分析纯浓硝酸(1.41 g/mL),于已经加有 166 mL 蒸馏水或去离子水的 500 mL 烧杯中,搅匀,冷却,备用。

4.3 7.5 mol/L 硝酸溶液:50 mL 浓硝酸(1.41 g/mL)置于已经加有 50 mL 蒸馏水或去离子水的 300 mL 烧杯中,搅匀,冷却,备用。

4.4 15%氟化钾(质量分数)溶液:取 75 g 分析纯氟化钾(GB/T 1271)于 500 mL 塑料烧杯中,加蒸馏水或去离子水至 500 mL(该溶液贮存于冰箱中)。

4.5 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液:取 4.5 g 分析纯固体氢氧化钠(GB 629)于 1 000 mL 塑料烧杯中,加 1 000 mL 蒸馏水或去离子水溶解,贮存于塑料瓶中。配制好后放置 3 d 左右再标定,放置其间反复摇匀。标定:将基准试剂邻苯二钾酸氢钾(GB 6857)于 105 ℃~110 ℃烘干 1 h,取出,放于干燥器中,冷

## GB/T 28209—2011

却 1 h,称取 0.700 0 g 邻苯二钾酸氢钾(GB 6857)放于锥形瓶中,用 70 mL 煮沸蒸馏水溶解,溶解后,用冷水冷却,在锥形瓶中加入 0.1% 的酚酞(GB 10729)3 滴。用已经配好的 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定到微红色。氢氧化钠标准溶液的浓度按式(1)计算:

$$c = \frac{m \times 1\,000}{(V_1 - V_2) \times 204.2} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- $c$  ——氢氧化钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);  
 $m$  ——邻苯二钾酸氢钾的质量,单位为克(g);  
 $V_1$  ——滴定消耗的氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);  
 $V_2$  ——空白试验消耗的氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);  
 204.2 ——基准邻苯二钾酸氢钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

4.6 20%(质量分数)氢氧化钠溶液:取 20 g 分析纯固体氢氧化钠(GB 629)于 500 mL 塑料烧杯中,加 100 mL 蒸馏水或去离子水溶解,贮存于塑料瓶中。

4.7 10%(质量分数)氢氧化钾溶液:取 10 g 分析纯固体氢氧化钾(GB 2306)于 500 mL 塑料烧杯中,加 100 mL 蒸馏水或去离子水溶解,贮存于塑料瓶中。可按此比例扩大,摇匀,备用。

4.8 氯化钾饱和乙醇水溶液:将无水乙醇(GB 678)和蒸馏水或去离子水 50%(体积分数)混合,加固体氯化钾(GB 10736)使之饱和,上部澄清液贮存于塑料瓶中备用。

4.9 氢氟酸,分析纯(GB 620)。

4.10 高氯酸,分析纯(GB 623)。

4.11 20%(体积分数)三乙醇胺(分析纯):取 20 mL 三乙醇胺溶于 100 mL 蒸馏水或去离子水中。摇匀,备用。

4.12 0.1%(质量分数)酚酞:取 0.1 g 酚酞(GB 10729)指示剂于 300 mL 试剂瓶中,加 100 mL 无水乙醇溶液(GB 678)。摇匀到酚酞溶解,备用。

4.13 无水碳酸钾,优级纯(GB 1397)。

4.14 氯化钾,分析纯氯化钾(GB 646)。

4.15 无水碳酸钠,分析纯(GB 639)。

4.16 基准碳酸钙,(GB 12596)。

4.17 碳酸钙,(分析纯或化学纯)(HG 3-1066)。

4.18 甘露醇,分析纯。

4.19 盐酸 1.18 g/mL,分析纯 GB 622。

4.20 6 mol/L 盐酸溶液:取 50 mL 分析纯浓盐酸 1.18 g/mL(GB 622),于已经加有 50 mL 蒸馏水或去离子水的 300 mL 烧杯中,搅匀,冷却,备用。

4.21 2 mol/L 盐酸溶液:取 83 mL 分析纯浓盐酸 1.18 g/mL(GB 622),于已经加有 416 mL 蒸馏水或去离子水的 500 mL 烧杯中,搅匀,冷却,备用。

4.22 50%(体积分数)氨水:取 50 mL 分析纯浓氨水 0.88 g/mL(GB 631),于已经加有 50 mL 蒸馏水或去离子水的 300 mL 烧杯中,搅匀,备用。

4.23 0.03%(质量分数)茜素黄 R 指示剂溶液:将 0.03 g 茜素黄 R 溶于 100 mL 水中。

4.24 9 mol/L 硫酸分析纯(GB 625):取 50 mL 分析纯浓硫酸 1.83 g/mL,于已经加有 50 mL 蒸馏水或去离子水的玻璃烧杯中,搅匀,冷却,备用。

4.25 0.1%(质量分数)甲基红指示剂溶液:0.1 g 甲基红指示剂溶于 100 mL 无水乙醇中。

4.26 0.025 mol/L 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液:称取 9.3 g 乙二胺四乙酸二钠(GB 12593)溶于蒸馏水或去离子水中。稀释到 1 000 mL。摇匀,备用。标定:将基准试剂碳酸钙于 105 ℃~110 ℃烘干 1 h,取出,放于干燥器中,冷却 1 h,称取 0.100 0 g 基准碳酸钙(GB 12596)放于烧杯中,用 6 mol/L



盐酸将碳酸钙全部溶解,加热煮沸,用蒸馏水或去离子水稀释到 100 mL,加 20% 三乙醇胺 5 mL,0.03% 茜素黄 R 指示剂溶液 2 滴,用 20% 氢氧化钠调至溶液刚显红色并过量 5 mL,加入 1:99 钙试剂羧酸钠约 0.5 g,立即用 0.025 mol/L 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液滴定到纯蓝色即为终点,见式(2)。

$$c(\text{EDTA}) = \frac{m \times 1\,000}{(V_1 - V_2) \times 100.09} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- $c$  ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);  
 $m$  ——基准试剂碳酸钙的质量,单位为克(g);  
 $V_1$  ——滴定消耗的乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液的体积,单位为毫升(mL);  
 $V_2$  ——空白试验消耗的乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液的体积,单位为毫升(mL);  
 100.09 ——基准试剂碳酸钙的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

4.27 0.025 mol/L 硫酸铜标准溶液:称取 6.2 g 硫酸铜(GB 665)溶于蒸馏水或去离子水中,加数滴 9 mol/L 硫酸,用蒸馏水或去离子水稀释到 1 000 mL,摇匀。标定:量取 25 毫升 0.025 mol/L 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液,调溶液的 pH=5~6,加 20 mL pH=5~6 缓冲溶液,加 10 滴 0.1% PAN 指示剂,用 0.025 mol/L 硫酸铜标准溶液滴定,求出滴定度  $T$ ,见式(3)。

$$T = \frac{V_{\text{EDTA}}}{V} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- $V_{\text{EDTA}}$  ——量取 25 mL 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液;  
 $V$  ——滴定消耗硫酸铜标准溶液体积,单位为毫升(mL)。

4.28 pH=5~6 缓冲溶液:称取 166 g 乙酸铵于 1 000 mL 试剂瓶中,先用少量蒸馏水或去离子水将乙酸铵溶解,用蒸馏水或去离子水稀释到 1 000 mL,摇匀,备用。

4.29 pH=10 缓冲溶液:称取 54 g 氯化铵于 1 000 mL 试剂瓶中,加 352 mL 浓氨水,用蒸馏水或去离子水稀释到 1 000 mL,摇匀,备用。

4.30 0.1% (质量分数) PAN 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(HG3-1008)指示剂:称取 0.1 g PAN(1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚)指示剂溶于 100 mL 无水乙醇中,摇匀,贮存于试剂瓶中,备用。

4.31 钙指示剂:1 g 钙指示剂与 99 g 氯化钠研磨,混匀。

4.32 络黑 T 指示剂:1 g 络黑 T 指示剂与 99 g 氯化钠研磨,混匀。

4.33 氧化钾、氧化钠系列混合溶液:精确称取已经烘干冷却的基准氯化钾(GB 10736)0.791 5 g 及 0.942 9 g 基准氯化钠(GB 1253),于 100 mL 烧杯中,用蒸馏水或去离子水将其溶解,转入 500 mL 容量瓶中,用蒸馏水或去离子水稀释到刻度,摇匀,移入塑料瓶中贮存,备用。此溶液浓度为每 mL 含氧化钾、氧化钠各 1 mg。分别吸取上述溶液 2 mL、4 mL、6 mL、8 mL、10 mL、12 mL、14 mL、16 mL、18 mL、20 mL 于 500 mL 容量瓶中,分别加入 2 mol/L 盐酸 20 mL,用蒸馏水或去离子水稀释到刻度,摇匀,移入塑料瓶中贮存备用。上述各溶液浓度为 500 mL 分别含 2 mg、4 mg、6 mg、8 mg、10 mg、12 mg、14 mg、16 mg、18 mg、20 mg 氧化钾、氧化钠。

4.34 25% (质量分数) 硫氰化钾溶液:称取 25 g 硫氰化钾(GB 648)于试剂瓶中,用 100 mL 蒸馏水或去离子水将其溶解,摇匀,备用。

4.35 0.1 mol/L 盐酸溶液:取 9 mL 分析纯浓盐酸 1.18 g/mL (GB 622),于已经加有 991 mL 蒸馏水或去离子水的 1 000 mL 烧杯中,搅匀,备用。

4.36 三氧化二铁标准系列溶液及标准曲线:精确称取预先经 500 °C 灼烧,冷却的纯三氧化二铁(含量 99.99%)0.250 0 g 于烧杯中,加入 20 mL 6 mol/L 盐酸和 10 mL 7.5 mol/L 硝酸加热溶解,冷却后转入 500 mL 容量瓶中,用蒸馏水或去离子水稀释到刻度。此溶液浓度为 500 μg/mL 三氧化二铁标准溶

## GB/T 28209—2011

液。吸取上述溶液 50 mL 于 500 mL 容量瓶中,用蒸馏水或去离子水稀释到刻度,此溶液浓度为 50  $\mu\text{g/mL}$  三氧化二铁标准溶液。分别吸取 50  $\mu\text{g/mL}$  三氧化二铁标准溶液 0 mL、2 mL、4 mL、6 mL、8 mL、10 mL 于 100 mL 容量瓶中,再分别加入 5 mL 6 mol/L 盐酸和 10 mL 25% 硫氰化钾,用蒸馏水或去离子水稀释到刻度,搅匀,备用。以蒸馏水或去离子水为参比,用可见分光光度计测吸收度,以吸收度和溶液浓度为参数绘制标准曲线。

4.37 1% (质量分数) 氯化镁溶液:称取 1 g 氯化镁于试剂瓶中,用 100 mL 蒸馏水或去离子水将其溶解,摇匀,备用。

## 5 仪器、设备及用具

- a) 可见分光光度计。
- b) 火焰分光光度计。
- c) 玻璃量器,应具有耐化学腐蚀且不含砷、锑物质的硼硅质各类玻璃量器。滴定管、容量瓶、单标线吸量管应进行校正;所用仪器、设备应定期检定。
- d) 500 mL 塑料烧杯、塑料筷子、塑料漏斗。
- e) 天平、化学分析用的天平应准确至 0.1 mg;天平与砝码应定期进行检定。
- f) 烘箱,能够控制温度在  $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- g) 干燥器、玻璃干燥器、干燥剂应有效。
- h) 电炉能够用于加热分解样品。
- i) 冰箱,能够制备冰块,贮存冷藏试剂。
- j) 30 mL 带盖铂金坩埚、100 mL 铂金皿。
- k)  $\phi 11\text{ cm}$  快速定性滤纸。

## 6 样品制备

试样经清洗、烘干、炸碎、研磨至通过 80  $\mu\text{m}$  孔径筛,贮于称量瓶中,烘干,冷却备用。制备过程应避免引入杂质。

## 7 测定程序

## 7.1 二氧化硅的测定

称取 0.100 0 g 已经研细并于  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 110\text{ }^{\circ}\text{C}$  烘干的样品于铂金坩埚(或银坩埚、镍坩埚)中,加 2 g 碳酸钾(或加 3 g 氢氧化钾熔融),用热蒸馏水或去离子水洗出熔块于 500 mL 塑料烧杯中,加 20 mL 10 mol/L 硝酸,用热蒸馏水或去离子水将铂金坩埚洗净,将塑料烧杯置于冰浴上,在塑料烧杯中加 3 g 氯化钾,加 15 mL 15% 氟化钾,将沉淀放置 15 min。用快速定性滤纸和塑料漏斗过滤,将滤纸和沉淀一并移入原塑料烧杯中,加入 1 mL 0.1% 酚酞,加 10 mL 氯化钾饱和乙醇水溶液,用 10% 氢氧化钾中和至微粉色,加 200 mL 热蒸馏水或去离子水,用 0.1 mol/L 氢氧化钠滴定到微粉色。所得结果应表示至两位小数。

二氧化硅含量的计算见式(4)。

$$X_1 = \frac{c \times V \times 0.015\ 02 \times 100}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$X_1$  ——二氧化硅的含量, %;



- $c$  ——氢氧化钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- $V$  ——滴定消耗氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 0.015 02——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液[ $c(\text{NaOH})=1.000 \text{ mol/L}$ ]相当的,以克表示的二氧化硅质量;
- $m$  ——称取样品的质量,单位为克(g)。

## 7.2 三氧化二硼测定

称取 0.500 0 g 已经研细并于 105 °C~110 °C 烘干的样品,置于铂金坩埚(或银坩埚、镍坩埚)中,加 4 g 无水碳酸钠(或 4 g 氢氧化钠)熔融,用热蒸馏水或去离子水洗出熔块于 300 mL 烧杯中,加 20 mL 盐酸溶液分解熔块,待熔块完全分解后用碳酸钙(HG3-1066)中和剩余的酸,并过量 4 g 碳酸钙,将烧杯放在水浴中煮沸后,用定性快速滤纸过滤,在滤液中加少许 EDTA(乙二胺四乙酸二钠)(GB 12593)煮沸,取下冷却,加两滴 0.1% 甲基红指示剂溶液,用 0.1 mol/L 氢氧化钠和 0.1 mol/L 盐酸将溶液调成中性,加 1 mL 0.1% 酚酞指示剂和约 2 g~3 g 甘露醇,用 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定至微红色,如此反复直至加入甘露醇后微红色不褪为止。所得结果应表示至两位小数。

三氧化二硼含量的计算见式(5)。

$$X_2 = \frac{c \times V \times 0.034\ 82 \times 100}{m} \dots\dots\dots(5)$$

式中:

- $X_2$  ——三氧化二硼含量,%;
- $c$  ——氢氧化钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- $V$  ——滴定消耗氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 0.034 82——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液[ $c(\text{NaOH})=1.000 \text{ mol/L}$ ]相当的,以克表示的三氧化二硼的质量;
- $m$  ——称取样品的质量,单位为克(g)。

## 7.3 三氧化二铝测定

称取 0.500 0 g 已经研细并于 105 °C~110 °C 烘干的样品,置于铂金皿中,在铂金皿中加入 2 mL 高氯酸,加入 15 mL 氢氟酸,在砂浴盘上蒸发至干。再加入 2 mL 高氯酸,加入 15 mL 氢氟酸,在砂浴盘上继续蒸发至干。再加入 2 mL 高氯酸在砂浴盘上继续蒸发至干。取下铂金皿冷却,加入 6 mol/L 盐酸 5 mL,顺着铂金皿壁加适量蒸馏水或去离子水,在加热电炉上分解样品,待样品完全分解后,转移至 250 mL 容量瓶中,用蒸馏水或去离子水稀释到刻度,摇匀,备用。

用单标线吸量管吸取 50 mL 上述溶液置于 250 mL 烧杯中,加 30 mL 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液,用 6 mol/L 盐酸和 50% 氨水调到 pH=5~6,加热煮沸,加 20 mL pH=5~6 缓冲溶液,加 5 滴 0.1% PAN 指示剂,用硫酸铜标准溶液滴定到蓝色为终点。所得结果应表示至两位小数。

三氧化二铝含量的计算见式(6)。

$$X_3 = \frac{[30 - (V \times T)] \times c \times 0.050\ 98 \times 5 \times 100}{m} \dots\dots\dots(6)$$

式中:

- $X_3$  ——三氧化二铝含量,%;
- $T$  ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)与硫酸铜( $\text{CuSO}_4$ )的体积比;
- $c$  ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- $V$  ——滴定消耗乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 0.050 98——与 1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液[ $c(\text{EDTA})=1.000 \text{ mol/L}$ ]相

GB/T 28209—2011

当的,以克表示的三氧化二铝的质量;

$m$  ——称取样品的质量,单位为克(g)。

#### 7.4 氧化钙测定

用单标线吸量管吸取 50 mL 上述溶液(7.3)置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 蒸馏水或去离子水,加两滴甲基红指示剂,用 6 mol/L 盐酸和 50% 氨水调到黄色,煮沸,用定性滤纸过滤,滤液用 300 mL 烧杯承接。在滤液中加 2 mL~3 mL 1% 氯化镁,加 5 mL 20% 三乙醇胺,加 3 滴 1% 茜素黄指示剂,用 20% 氢氧化钠调至红色,再过量 2 mL,加少量钙指示剂,用 EDTA(4.26)滴至蓝色为终点。所得结果应表示至两位小数。

氧化钙含量的计算见式(7)。

$$X_4 = \frac{c \times V \times 0.056\ 08 \times 5 \times 100}{m} \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

$X_4$  ——氧化钙含量,%;

$c$  ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$V$  ——滴定消耗乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

0.056 08——与 1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液[ $c(\text{EDTA})=1.000\text{ mol/L}$ ]相当的,以克表示的氧化钙的质量;

$m$  ——称取样品的质量,单位为克(g)。

#### 7.5 氧化镁测定

用单标线吸量管吸取 50 mL 上述溶液(7.3)置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 蒸馏水或去离子水,加 2 滴甲基红指示剂,用 6 mol/L 盐酸和 50% (体积分数) 氨水调到黄色,煮沸,用快速定性滤纸过滤,滤液用 300 mL 烧杯承接。加 5 mL 20% 三乙醇胺,加 20 mL pH=10 的缓冲溶液,加少量络黑 T 指示剂,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液滴至蓝色为终点。所得结果应表示至两位小数。

氧化镁含量的计算见式(8)。

$$X_5 = \frac{c \times V \times 0.040\ 31 \times 5 \times 100}{m} \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

$X_5$  ——氧化镁含量,%;

$c$  ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$V$  ——滴定消耗乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液的体积减去氧化钙滴定消耗乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

0.040 31——与 1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液[ $c(\text{EDTA})=1.000\text{ mol/L}$ ]相当的,以克表示的氧化镁的质量;

$m$  ——称取样品的质量,单位为克(g)。

#### 7.6 氧化铁的测定

称取 0.500 0 g 已经研细并于 105 °C~110 °C 烘干的样品,置于铂金皿中,在铂金皿中加入 2 mL 高氯酸,加入 15 mL 氢氟酸,在砂浴盘上蒸发至干。再加入 2 mL 高氯酸,加入 15 mL 氢氟酸,在砂浴盘上继续蒸发至干。再加入 2 mL 高氯酸在砂浴盘上继续蒸发至干。取下铂金皿冷却,加入 5 mL 6 mol/L 盐酸,顺着铂金皿壁加适量蒸馏水或去离子水,在加热电炉上分解样品,待样品完全分解后,转移至 100 mL 容量瓶中,加 10 mL 25% 硫氰化钾,用蒸馏水或去离子水稀释到刻度,摇匀,用可见光分光光度



计进行比色,测得吸收度,在标准曲线上求得浓度值。所得结果应表示至两位小数。

氧化铁含量的计算见式(9)。

$$X_6 = \frac{A \times 10^{-6} \times 100}{m}$$

.....( 9 )

- 式中:
- $X_6$ ——氧化铁含量,%;

$A$  ——由标准曲线求得相应于吸收度的  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  微克数;

$m$  ——称取样品的质量,单位为克(g)。

7.7 氧化钾、氧化钠的测定

称取 0.100 0 g 经 105 ℃~110 ℃烘干的样品,置于铂金皿中,在铂金皿中加入 2 mL 硝酸,分析纯 1.4 g/mL(GB 626),加入 15 mL 氢氟酸,在砂浴盘上蒸发至干。铂金皿内加 20 mL 2 mol/L 盐酸溶液,放于电炉上溶解皿盐类。待样品完全分解后,转移皿内溶液到 500 mL 容量瓶中,稀释到刻度,摇匀,用火焰分光光度计确定其吸收度。在标准溶液系列中选取适当浓度标准溶液进行内插法比较,测得样品的浓度。进而得到样品中氧化钾、氧化钠含量。所得结果应表示至两位小数。

8 误差分析

分析结果允许的误差范围见表 1。

表 1 分析结果允许的误差范围

测 定 项 目	同一试验室	不同试验室
二氧化硅	0.20	0.25
三氧化二硼	0.20	0.20
氧化铁	0.02	0.02
三氧化二铝	0.20	0.25
氧化钙	0.20	0.20
氧化镁	0.20	0.20
氧化钠	0.25	0.30
氧化钾	0.05	0.05

在采用本方法测定同一试样时,同一试验室的同一分析员,应重复进行两次测定,两次分析结果之差应符合表 1 规定。如超出表 1 规定,应进行第三次测定。所得结果与前两次其中之一分析结果之差符合表 1 规定时,则取其平均值;否则应找原因,重新进行测定。在采用本方法测定同一试样时,同一试验的两个分析人员所得分析结果之差应符合表 1 规定。如超出表 1 规定,应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表 1 规定,则取其平均值。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表 1 规定。如有争议,应共同商定由另一单位按本标准进行测定。以仲裁单位报出的分析结果为准,与两个单位的分析结果进行比较,若与其中任何一方分析结果之差符合表 1 规定,则认为此分析结果是准确的,对超出表 1 规定的分析结果,应被认为是不准确的。