



中华人民共和国国家标准

GB/T 21114—2007

耐火材料 X 射线荧光光谱化学分析 熔铸玻璃片法

Chemical analysis of refractory products by XRF—
Fused cast bead method

(ISO 12677:2003,MOD)

2007-09-11 发布

2008-02-01 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	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 材料类型	1
4 原理	2
5 试样制备	2
6 装置	2
7 灼烧减量(和/或干燥)的测定	3
8 熔剂	3
9 熔融浇铸程序	4
10 校准	6
11 校正	11
12 再现性和重复性	13
13 用有证标准样品测量准确度	14
14 检测限的定义	15
15 试验报告	15
附录 A (规范性附录) 校准范围和检测限	16
附录 B (规范性附录) 对碳化钨研钵研磨介质的校正	21
附录 C (资料性附录) 熔剂和稀释比	22
附录 D (规范性附录) 验证合成校准用的有证标准样品(CRM)举例	23
附录 E (规范性附录) 系列标准样品(SeRM)举例	28
附录 F (规范性附录) 理论计算方程	34
附录 G (规范性附录) 有证标准样品(CRM)	35
附录 H (规范性附录) 用 SeRM 校准时补偿共存成分干扰的校正方法	38
附录 I (资料性附录) 使用有证标准样品得到的标准偏差	56

前 言

本标准修改采用 ISO 12677:2003《耐火材料 X 射线荧光光谱化学分析——熔铸玻璃片法》(英文版)。本标准与 ISO 12677:2003 的有关技术性差异已在标准所涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。主要修改内容如下:

- a) 将引用标准改为与 ISO 等效的我国标准;
- b) 将第 5 章第 1 段的“大量采样不属于本方法范围,本方法适用于实验室样品。”改为“按 GB/T 10325 和 GB/T 17617 采集实验室样品”;
- c) 在 10.2.1 中补充:高纯试剂磷酸二氢铵和磷酸二氢钾;
- d) 在 10.4.2.2 增加“注:也可采用其他的校准方程”;
- e) 在附录 C 增加了部分熔剂和稀释比内容;
- f) 在附录 C,为了便于理解,增加了与第 3 章的内容相对应的“注:材料后的数字是第 3 章中所列材料种类的顺序号,如:1 为高铝质 $\text{Al}_2\text{O}_3 \geq 45\%$, 2 为铝硅质 $\text{Al}_2\text{O}_3 7\% \sim 45\%$,……,17 为硅酸镁”;
- g) 在附录 D,增加了国产耐火材料标准样品的内容;
- h) 在附录 E,增加了国产耐火材料系列标准样品的内容;
- i) 在附录 F 中加注“基体校正 α 系数可按仪器厂商提供的软件进行计算”;
- j) 根据共同试验结果,对附录 G 中氧化铁的允许差作了适当的修改;
- k) 在附录 H 中加“注:可采用厂商提供的校正方法”;
- l) 附录 I 中增加了采用国产系列标准样品熔融再现性结果;
- m) 按照我们的表述习惯,将 12.9 和附录 A 标题下的注均改成了段;
- n) 删除了参考文献。

此外,还对 ISO 12677:2003 需勘误处做了一些编辑性修改,并在相应处加了脚注。

本标准的附录 A、附录 B、附录 D、附录 E、附录 F、附录 G、附录 H 均为规范性附录;附录 C、附录 I 为资料性附录。

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。

本标准主要起草单位:宝山钢铁股份有限公司、中钢集团洛阳耐火材料研究院、中钢集团耐火材料有限公司。

本标准主要起草人:陆晓明、郇力、金德龙、刘小平、梁献雷、王芙云。

耐火材料 X 射线荧光光谱化学分析

熔铸玻璃片法

1 范围

本标准规定了由氧化物组成的耐火材料和制品及技术陶瓷的化学分析方法,用熔铸玻璃片法制样,X 射线荧光光谱法(以下简称 XRF)测定,测定范围(质量分数)为 0.01%~99%。

注:对于含量大于 99%(干基)的成分,应测定所有存在的微量成分和灼烧减量,然后用差减法求得,这些数值还应经过直接测定进行验证。

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 3286 石灰石、白云石化学分析法

GB/T 6005 试验筛 金属丝编织网、穿孔板和电成型薄板筛孔的基本尺寸(GB/T 6005—1997, eqv ISO 565:1990)

GB/T 6900 铝硅系耐火材料化学分析方法

GB/T 8170 数值修约规则

GB/T 10325 定形耐火制品抽样验收规则

GB/T 15000.7—2001 标准样品工作导则(7) 标准样品生产者能力的通用要求(idt ISO Guide 34:2000)

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

ISO/IEC Directives (1992)—Part 2: Methodology for the development of International Standards—Annex B Mention of reference materials

3 材料类型

- 1) 高铝质($\text{Al}_2\text{O}_3 \geq 45\%$);
- 2) 铝硅质(Al_2O_3 7%~45%);
- 3) 硅质($\text{SiO}_2 \geq 93\%$);
- 4) 锆英石质;
- 5) 氧化锆和锆酸盐;
- 6) 镁质;
- 7) 镁铝尖晶石质(~70/30);
- 8) 白云石;
- 9) 石灰石;
- 10) 氧化镁/氧化铬;
- 11) 铬矿;
- 12) 铝铬质;
- 13) 铝镁尖晶石质(~70/30);
- 14) 铝锆硅熔铸材料(AZS);