



中华人民共和国国家标准

GB/T 21114—2019
代替 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

Refractories—Chemical analysis by X-ray fluorescence(XRF)—
Fused cast-bead method

[ISO 12677:2011,Chemical analysis of refractory products by
X-ray fluorescence(XRF)—Fused cast-bead method,MOD]

2019-06-04 发布

2020-05-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

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 装置 | 2 |
| 6 试样制备 | 3 |
| 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 | 13 |
| 12 再现性和重复性 | 15 |
| 13 用有证标准样品测量的准确度 | 16 |
| 14 检测限的定义 | 17 |
| 15 试验报告 | 17 |
| 附录 A (规范性附录) 校准范围和检测限 | 19 |
| 附录 B (规范性附录) 对碳化钨研钵磨样介质的校正 | 25 |
| 附录 C (资料性附录) 熔剂和稀释比 | 26 |
| 附录 D (规范性附录) 验证合成校准的有证标准样品(CRM)举例 | 27 |
| 附录 E (规范性附录) 系列标准样品(SeRM)举例 | 33 |
| 附录 F (规范性附录) 理论计算方程 | 39 |
| 附录 G (规范性附录) 有证标准样品(CRM) | 40 |
| 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 | 43 |
| 附录 I (规范性附录) 使用有证标准样品得到的标准偏差 | 64 |

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 21114—2007《耐火材料 X 射线荧光光谱化学分析 熔铸玻璃片法》，与 GB/T 21114—2007 相比，主要技术变化如下：

- 修改了范围(见第 1 章,2007 年版的第 1 章)；
- 修改了规范性引用文件(见第 2 章,2007 年版的第 2 章)；
- 增加了机械混合器的相关内容(见 5.8)；
- 熔剂中的杂质量 $3D/R$ 更改为 $D/3R$ (见 8.1.9,2007 年版的 8.1.9)；
- 公式 $m(1+\frac{L}{100})$ 更改为 $m(\frac{100}{100-w_L})$ (见 9.1.3,2007 年版的 9.2.3)；
- 增加了关于加入其他组分到校准样品的相关规定(见 10.2.1)；
- 增加了五氧化二磷组分的校准范围和检测限(见表 A.1、表 A.2)；
- 增加了部分标准样品(见附录 D 中表 D.8、表 D.17)；
- 增加了表 I.16、表 I.17、表 I.18(见附录 I)。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 12677:2011《耐火制品 X 射线荧光光谱化学分析(XRF) 熔铸玻璃片法》。

本标准与 ISO 12677:2011 的技术性差异及其原因如下：

- 将适用范围修改为“本标准适用于第 3 章列出的材料类型,其他耐火材料类型可参考使用”，以适应我国的技术条件；
- 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 3286.8、GB/T 4513.2、GB/T 6900、GB/T 10325、GB/T 15000.7、GB/T 17617；
 - 用修改采用国际标准的 GB/T 6005 代替 ISO 565；
 - 删除 ISO Guide 35:2006、ISO 26845；
- 将第 6 章第 1 段的“本方法适用于实验室样品”,及“注 1:大量采样不属于本方法范围,但可在 ISO 26845 内找到。”改为“按 GB/T 10325、GB/T 17617 和 GB/T 4513.2 采集实验室样品”，以适应我国的技术条件；
- 修改了第 9 章的章条号,以适应我国的技术条件；
- 在 10.2.1 中补充:高纯试剂磷酸二氢铵和磷酸二氢钾,以方便使用；
- 在附录 A 中表 A.1、表 A.2 增加了五氧化二磷组分的校准范围和检测限,以方便使用；
- 在附录 D 中增加了国产标准样品的相关内容,以方便使用；
- 在附录 E 中增加了耐火材料国产系列标准样品的内容,以方便使用；
- 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,以适应我国的技术条件；
- 附录 I 中增加了采用国产系列标准样品熔融重复性结果,以方便使用。

本标准做了下列编辑性修改：

- 修改了标准名称；
- 在 10.4.2.2 增加“注:也可采用其他校准方程”；
- 在附录 C 中增加了部分熔剂和熔融配比内容；

——在附录 F 中加注“ 基体校正 α 系数可按厂商提供的软件进行计算”；

——在附录 H 中加注“ 可采用厂商提供的校正方法”；

——删除了参考文献。

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:宝山钢铁股份有限公司、中钢集团洛阳耐火材料研究院有限公司、江苏省陶瓷耐火材料产品质量监督检验中心、浙江自立高温科技有限公司、浙江自立新材料股份有限公司。

本标准主要起草人:陆晓明、李黑山、张祥、张毅、曹海洁、朱惠良、喻燕、朱冬冬、徐晓莹、马旭峰、高建荣、戴倩云、陈琴、陈要生。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——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

1 范围

本标准规定了由氧化物组成的耐火材料和陶瓷的化学分析方法,用熔铸玻璃片方法制样,X 射线荧光光谱(以下简称 XRF)测定。

本标准适用于第 3 章列出的材料类型,其他耐火材料类型可参考使用。

注 1: 当样品中某些元素的含量超过一定的量,如锡、铜、锌和铬,熔融将存在困难,在这种情况下参考相应的文献。

注 2: 对于质量分数大于 99%(干基)的成分,如果已测定所有存在的微量成分和灼烧减量,用差减法求得,这些数值也能通过直接测定进行验证。

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 3286.8 石灰石及白云石化学分析方法 第 8 部分:灼烧减量的测定 重量法

GB/T 4513.2 不定形耐火材料 第 2 部分:取样(GB/T 4513.2—2017,ISO 1927-2:2012,IDT)

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—2008,ISO 565:1990,MOD)

GB/T 6900 铝硅系耐火材料化学分析方法

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 15000.7 标准样品工作导则(7) 标准样品生产者能力的通用要求(GB/T 15000.7—2012,ISO Guide 34:2009,IDT)

GB/T 17617 耐火原料抽样检验规则(GB/T 17617—2018,ISO 8656-1:1988,MOD)

3 材料类型

下面列出了使用本标准分析的各种类型的耐火材料,附录 I 列出了部分材料的重复性和再现性统计数据,可以作为首次使用本标准的参考。

- a) 高铝质(Al_2O_3 的质量分数大于 45%)
- b) 铝硅质(Al_2O_3 的质量分数为 7%~45%)
- c) 硅质(SiO_2 的质量分数大于 93%)
- d) 锆英石质
- e) 氧化锆和锆酸盐
- f) 镁质
- g) 镁铝尖晶石质(~70/30)
- h) 白云石
- i) 石灰石
- j) 氧化镁/氧化铬