

电感耦合等离子体发射光谱法测定硼硅酸盐玻璃中的硼等常见元素

郭中宝¹, 张艳妮², 代 铮¹, 王 潇¹

(1. 中国建材检验认证集团股份有限公司, 北京 100024; 2. 北京市劳动保护科学研究所, 北京 100054)

摘要: 硼硅酸盐玻璃中的硼、钙、镁、铝、铁、钛、硅等常见元素普遍采用各元素分别测定的方式进行分析, 分析效率很低; 而且硼的测定普遍采用容量法, 当 B_2O_3 含量低于1%时, 容量法测定误差较大。本文以KOH熔融的方式消解样品, 采用电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)进行分析。通过实验研究了KOH用量和不同称样量对 B_2O_3 测定结果的影响。结果表明, KOH用量在3 g以上时有较好的熔样效率和熔样效果, 称样量低于0.4 g对 B_2O_3 测定结果无明显影响, 考虑到其他元素的测定, 确定了KOH用量优选3 g, 称样量优选0.1 g。在此条件下, 测定 B_2O_3 等常见元素的精密性(RSD, $n=6$) $\leq 2\%$, 加标回收率在96.0%~105.6%之间, 除 SiO_2 测定误差较大外, 其他元素的测定结果均令人满意。本方法确定的 B_2O_3 的定量限为0.067%, 且对于 B_2O_3 最高含量达到16%的测定结果也令人满意, 因此可测定 B_2O_3 含量的范围至少为0.067%~16%。当样品中的 B_2O_3 含量高于4%时, 方法准确度和精密性与国家标准分析方法(容量法)相当; 当 B_2O_3 含量低于1%时, 方法准确度和精密性都优于容量法。与现有报道相比, 本方法显著拓宽了 B_2O_3 的测定范围, 并具有良好的准确度, 而且在 B_2O_3 准确测定的同时, 也实现了Ca、Mg、Al、Fe、Ti的定量分析和Si的半定量分析, 大大提高了分析效率, 可以实现硼硅酸盐玻璃中 B_2O_3 等常见元素的准确快速分析。

关键词: 硼硅酸盐玻璃; B_2O_3 ; 常量元素; KOH熔融; 电感耦合等离子体发射光谱法

中图分类号: O657.31; O613.81 **文献标识码:** B

硼硅酸盐玻璃具有致密的网络结构, 从而赋予它许多优良的性能, 如良好的热稳定性和化学稳定性、机械性能和工艺性能好、优良的光学性能等, 因此得到了广泛的应用和发展。目前, 硼硅酸盐玻璃已经广泛应用到仪器玻璃、器皿与炊具玻璃、药用玻璃、眼镜玻璃和视镜、电光源与照明玻璃、纤维玻璃、玻璃鳞片防腐涂料、太阳能真空集热管等诸多领域^[1]。硼硅酸盐玻璃的结构和性能受诸多因素的影响, 但 B_2O_3 含量是众多影响因素中的一个重要因素^[1-3], 因此进行硼硅酸盐玻璃中 B_2O_3 含量的测定是保证相关玻璃制品品质的重要手段。多数硼硅酸盐玻璃中 B_2O_3 的含量范围为5%~15%^[1], 但在日常检测中, 也有少数硼硅酸盐玻璃中 B_2O_3 的含量低至1%以下, 或者高达20%以上。目前, 硼硅酸盐玻璃中 B_2O_3 的测定普遍采用容量法^[4], 而且容量法也是目前硼硅酸盐玻璃中 B_2O_3 含量测定的标准方法

(GB/T 1549—2008, 纤维玻璃化学分析方法)。

应用容量法测定常量 B_2O_3 具有较高的准确度, 但对于低含量的 B_2O_3 (在1%以下)具有较大的误差。目前, 采用电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)测定地质样品^[5-6]、金属材料^[7-9]和食品^[10-12]中的 B_2O_3 已有较多的报道, 但这些报道主要集中在测定材料中微量及痕量 B_2O_3 方面, 对于硼硅酸盐玻璃中较高含量的 B_2O_3 报道较少, 测定方法也都存在一些问题。例如, 杜桂荣等^[13]采用的方法由于操作步骤繁琐, 而且取样量过小, 导致测定结果误差较大, 达不到容量法测定的精度。因此, 建立一种能够简单、快速的消解硼硅酸盐玻璃样品的前处理方法, 并建立与样品处理方式相适合的ICP-AES分析条件, 对于提高硼硅酸盐玻璃中 B_2O_3 的分析效率, 并推广ICP-AES方法的应用范围具有重要意义。

收稿日期: 2014-07-11; 修回日期: 2014-09-28; 接受日期: 2014-10-09

作者简介: 郭中宝, 工程师, 主要从事各类建筑材料和室内外环境污染物的化学分析工作。E-mail: gzb@ctc.ac.cn。

本文采用常压下 KOH 熔融消解的方法对硼硅酸盐玻璃样品进行处理,优化了熔剂用量和称样量,应用 ICP-AES 法测定 B_2O_3 和 Ca、Mg、Al、Fe、Ti、Si 等常见元素含量,通过选择各元素合适的分析谱线、进行标准溶液的基体匹配,并与标准方法进行对比,可以实现硼硅酸盐玻璃中 B_2O_3 等常见元素的准确快速分析。

1 实验部分

1.1 仪器及工作条件

VISTA MPX 电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICP-AES, 美国 Agilent 公司), 仪器主要工作参数见表 1。

高纯氩气(纯度 > 99.99%, 北京普莱克斯实用气体有限公司)。

超纯水发生器 (Milli-Q, Millipore); 电子天平 (A200S, 德国 Sartorius 公司)。

表 1 ICP-AES 的工作参数

Table 1 Working parameters of the ICP-AES instrument

工作参数	设定条件	工作参数	设定条件
垂直观测高度	10 mm	样品测定次数	3 次
RF 功率	1.15 kW	一次读数时间	5 s
等离子气流量	15.0 L/min	仪器稳定延时	15 s
辅助气流量	1.50 L/min	进样延时	15 s
雾化气压力	200 kPa	清洗时间	10 s
蠕动泵流速	15 r/min	点火前气体吹扫时间	1 h

1.2 标准溶液和主要试剂

各元素标准溶液 (B_2O_3 、CaO、MgO、 Al_2O_3 、 Fe_2O_3 、 TiO_2 、 SiO_2 浓度均为 1000 mg/L, 钢研纳克检测技术有限公司)。

氢氧化钾 (优级纯, 天津光复精细化工有限公司)。

盐酸 (优级纯, 北京化工厂)。

超纯水 (电阻率为 $18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$, 密理博中国有限公司)。

1.3 试样处理方法

将试样置于已盛放 1 g 氢氧化钾的镍坩锅中, 再加 2 g 氢氧化钾, 先低温熔融, 摇动坩锅。然后在 $600 \sim 650^\circ\text{C}$ 继续熔融 $15 \sim 20 \text{ min}$ 。旋转坩锅, 使熔融物均匀地附着在坩锅内壁。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 25 mL 50% 的盐酸, 待样品完全溶解并冷却后, 移入 250 mL 容量瓶中, 摇匀待测。

随同试样做空白试验。

1.4 系列标准溶液的配制

本文配制 4 个系列的标准溶液, 各标准溶液的基体中均加入了 3 g 氢氧化钾, 并经盐酸酸化, 最终溶液保持 5% 盐酸的酸度。各系列标准溶液分别为: CaO 、 Al_2O_3 混合标准溶液 (25, 50, 100, 150, 200 mg/L), MgO 、 Fe_2O_3 、 TiO_2 混合标准溶液 (0.5, 1, 5, 10, 25 mg/L), SiO_2 标准溶液 (50, 100, 200, 300, 350 mg/L), B_2O_3 标准溶液 (10, 25, 50, 75, 100 mg/L)。

1.5 样品分析

按照表 1 的条件设置仪器, 点燃等离子体炬焰, 待炬焰稳定后, 测定标准系列溶液的光谱强度, 以净强度为纵坐标, 以元素的浓度 (mg/L) 为横坐标进行线性回归, 绘制标准曲线。待测元素浓度应在所做标准曲线范围之内, 如果待测元素浓度超出了标准曲线范围, 则应调整系列标准溶液的浓度范围, 使之涵盖待测元素的浓度。

2 结果与讨论

2.1 光谱分析谱线的选择

ICP-AES 法测定 B_2O_3 时, 灵敏度最高且干扰较少的谱线是 249.678 nm 和 249.772 nm, 在硼硅酸盐玻璃中, 不存在对 B_2O_3 的这两条谱线产生干扰的元素, 而且经过试验两条谱线均具有良好的线性和稳定性, 因此 249.678 nm 和 249.772 nm 都可以作为 B_2O_3 定量分析的谱线, 但考虑到有些玻璃样品中 B_2O_3 的含量较低, 本文最终选择灵敏度最高的 249.772 nm 谱线作为 B_2O_3 的分析谱线。

除 B_2O_3 外, 硼硅酸盐玻璃中其他需要测定的常见元素有 K_2O 、 Na_2O 、CaO、MgO、 Al_2O_3 、 Fe_2O_3 、 TiO_2 、 SiO_2 , 其中 CaO、MgO、 Al_2O_3 、 Fe_2O_3 、 TiO_2 、 SiO_2 可以在应用本文方法进行 B_2O_3 测定的同时, 一并进行分析。在硼硅酸盐玻璃样品中, SiO_2 是含量最高的元素, 分析液中其浓度也很高, 因此在保证测定稳定性和标准曲线线性的基础上, 宜选择灵敏度较低的谱线, 经试验本文最终确定 251.611 nm 谱线作为 SiO_2 的分析谱线。

对于 CaO、MgO、 Al_2O_3 、 Fe_2O_3 、 TiO_2 , 由于硼硅酸盐玻璃中不存在对这些元素的高灵敏线产生干扰的元素, 而且这些元素在最终待测液中的浓度也不是非常高, 因此测定这些元素均选择灵敏度较高且线性最好的谱线, 具体为: CaO (422.673 nm), MgO (279.553 nm), Al_2O_3 (396.152 nm), Fe_2O_3 (259.940 nm), TiO_2 (334.941 nm)。

2.2 氢氧化钾熔剂用量的选择

为了提高熔样效率,并改善熔样效果,本文选择底部预先铺一层 KOH,称样后再覆盖一层 KOH 的方式进行熔样。对于 ICP-AES 分析,待测溶液基体越低,对雾化器和炬管的要求也越低,也越容易得到理想的结果,因此在保证熔样效果的前提下,KOH 用量越低越好。在确定称样量 0.2 g 的条件下,本实验固定底部 1 g 的 KOH 不变,调整上方 KOH 的质量分别为 0.5、1、2、3 g,使 KOH 总用量在 1.5、2、3、4 g 之间变化。通过对熔样效果进行评价,表明 KOH 用量为 1.5 g 和 2 g 时,熔剂熔融后浸润样品速度较慢,样品普遍出现结块不易完全熔融的现象;当 KOH 用量高于 3 g 时,样品不易结块,可以在 15 min 内完全熔融,熔融效率和效果都很好。本文最终确定 KOH 用量为 3 g。

2.3 称样量的选择

为了比较不同称样量时样品的消解效果,本文选择 B₂O₃ 不同含量的 3 个硼硅酸盐玻璃样品,分别称取 0.05、0.1、0.2、0.3、0.4 g(精确至 0.1 mg),按照 1.3 节分析步骤进行前处理,测定 B₂O₃ 的含量。结果表明,各称样量的 B₂O₃ 测定结果无明显差异,测定值的相对标准偏差(RSD)低于 2%,说明当称样量高达 0.4 g 时本方法对硼硅酸盐玻璃仍然有很好的消解效果,在进行实际样品分析时,根据待测元素含量的不同,可以灵活地调整称样量。但考虑到如果同时进行 CaO、MgO、Al₂O₃、Fe₂O₃、TiO₂、SiO₂ 等元素的测定,称样量太大则会导致溶液中 CaO、Al₂O₃、SiO₂ 的浓度过高,影响测定 CaO、Al₂O₃、SiO₂ 的准确度,因此本文确定的优选称样量为 0.1 g。

2.4 分析方法技术指标

2.4.1 方法检出限和定量限

配制试剂空白,连续测定 10 次,取 3 倍标准偏差所对应的浓度作为 B₂O₃ 及其他元素在所选分析谱线下的仪器检出限,取由 10 倍标准偏差所对应的浓度计算得到的 B₂O₃ 及其他元素的质量分数作为在所选分析谱线下的定量限^[14-15]。

B₂O₃ 及其他元素的检出限和定量限见表 2。根据本课题组多年的分析经验,硼硅酸盐玻璃中 B₂O₃、CaO、MgO、Al₂O₃、Fe₂O₃、TiO₂ 和 SiO₂ 的含量通常都在 0.1% 以上,因此本方法的定量限完全能够满足以上元素定量分析的要求。

2.4.2 方法准确度和精密度

选择硼硅酸盐玻璃标准样品 GBW 03132,平行称取 6 个样品,称样量均约为 0.1 g,按照本文方法测定 B₂O₃ 及其他常见元素的含量,并与标准值进行

对比,对比结果及相对标准偏差见表 3。由表 3 可以看出,本文方法对 B₂O₃ 及 CaO、MgO、Al₂O₃、Fe₂O₃、TiO₂、SiO₂ 等常见元素的测定均具有较高的精密度,除 SiO₂ 和 Fe₂O₃ 以外,各元素测定结果的相对误差都很小。由于 Fe₂O₃ 的绝对含量较低,虽然其相对误差达到了 -2.94%,但其绝对误差仅为 0.01%,该结果已经较为理想。由于样品中 SiO₂ 的绝对含量很高,其相对误差(-3.24%)与 Fe₂O₃ 相当,但其绝对误差偏差仍然较大,达到了 1.75%,因此采用本文方法测定硼硅酸盐玻璃中 SiO₂ 的结果只能作为半定量结果使用。

表 2 各元素的检出限和定量限

Table 2 Detection limits and quantitative limits of each element

元素	检出限 (mg/L)	定量限 (%)	元素	检出限 (mg/L)	定量限 (%)
B ₂ O ₃	0.080	0.067	Fe ₂ O ₃	0.018	0.015
CaO	0.072	0.060	TiO ₂	0.010	0.009
MgO	0.016	0.013	SiO ₂	0.050	0.042
Al ₂ O ₃	0.055	0.046			

注:计算方法检出限时,称样量以 0.1 g 计,定容体积以 250 mL 计。

表 3 方法准确度和精密度

Table 3 Accuracy and precision tests of the method

硼硅酸盐 标准物质	元素	元素含量(%)		相对误差 (%)	绝对误差 (%)	RSD (%)
		标准值	测量值			
GBW 03132	B ₂ O ₃	8.87	8.80	-0.79	0.07	1.0
	CaO	16.54	16.70	0.97	0.16	1.0
	MgO	4.40	4.42	0.45	0.02	1.0
	Al ₂ O ₃	14.50	14.42	-0.55	0.08	0.7
	Fe ₂ O ₃	0.34	0.33	-2.94	0.01	2.0
	TiO ₂	0.19	0.19	0	0	1.2
	SiO ₂	53.98	52.23	-3.24	1.75	2.0

2.4.3 方法回收率

在 1 个硼硅酸盐玻璃实际样品中添加一定质量的标准样品 GBW 03132,按本文方法对 B₂O₃ 及 CaO、MgO、Al₂O₃、Fe₂O₃、TiO₂、SiO₂ 等常见元素进行测定,计算加标回收率。由表 4 测定结果可以看出, B₂O₃ 及 CaO、MgO、Al₂O₃、Fe₂O₃、TiO₂、SiO₂ 等常见元素的总体回收率在 96.0% ~ 105.6% 之间。

3 本方法与测定 B₂O₃ 的标准方法比较

选择不同 B₂O₃ 含量的 4 个硼硅酸盐玻璃样品,应用本文方法分析 B₂O₃ 的含量,平行测定 6 次(n=6),与国家方法 GB/T 1549—2008《纤维玻璃化学分析方法》中的容量法进行比较,比较结果见表 5。

由表 5 测定结果可以看出, B₂O₃ 含量高于 4%

时,本文方法的准确度和精密度与标准方法相当; B_2O_3 含量低于1%时,本文方法的精密度优于标准方法,但两个方法的相对偏差高达22%。为了确定 B_2O_3 含量低于1%时两个方法的准确性,选择向实际样品中添加一定质量的标准样品 GBW 03132 的方式对两个方法进行加标回收试验。本文方法和标准方法的加标量分别为0.20%和0.22%,测得本文方法和标准方法的加标回收率分别为98.7%和92.3%,这表明 B_2O_3 含量低于1%时,本文方法的准确度也要优于标准方法。

表4 方法回收率

Table 4 Recovery tests of the method

元素	参考值 (%)	加标量 (%)	测量值 (%)	回收率 (%)
B_2O_3	10.20	4.70	14.82	98.3
CaO	14.65	8.77	23.22	97.7
MgO	2.22	2.33	4.57	100.9
Al_2O_3	16.99	7.68	24.56	98.6
Fe_2O_3	0.16	0.18	0.35	105.6
TiO_2	0.11	0.10	0.21	100.0
SiO_2	55.10	28.61	82.58	96.0

表5 本文方法与标准方法的比较

Table 5 Comparison of this method with the standard method

样品编号	B_2O_3 含量范围 (%)	B_2O_3 测定值 (%)	RSD (%)
样品4	0.1~0.3	本文方法 0.22	1.6
		标准方法 0.18	4.3
样品5	3~5	本文方法 4.36	1.2
		标准方法 4.25	1.4
样品6	8~10	本文方法 8.80	1.0
		标准方法 8.83	1.0
样品7	14~16	本文方法 15.45	0.9
		标准方法 15.60	0.9

4 结语

采用 KOH 熔融的方式消解样品,实现了应用 ICP-AES 同时测定硼硅酸盐玻璃中 B_2O_3 、CaO、MgO、 Al_2O_3 、 Fe_2O_3 、 TiO_2 、 SiO_2 等常见元素,克服了标准方法需要各元素分别测定的缺点,极大地提高了工作效率。0.4 g 以下的硼硅酸盐玻璃样品都可以在 3 g 熔融 KOH 中消解完全,并经酸化后直接进行 ICP-AES 分析,从而避免了小称样量带来的较大误差问题,分析人员可以根据待测元素的含量灵活调整称样量。

本方法可测定 B_2O_3 含量的范围至少为0.067%~16%。通过与标准方法(容量法)进行对比表明,当 B_2O_3 含量高于4%时,本法准确度和精密度与标准方法相当;当 B_2O_3 含量低于1%时,本法准确度和

精密度都要优于标准方法,由此解决了应用标准方法测定含量低于1%的 B_2O_3 误差较大的问题。

5 参考文献

- [1] 房玉. 硼硅酸盐玻璃组成、结构与性能的研究[D]. 武汉:武汉理工大学,2012.
Fang Y. Study on the Component, Structure and Properties of Borosilicate Glass [D]. Wuhan: Wuhan University of Technology, 2012.
- [2] 韦鹏飞,周洪庆,朱海奎,等. 硼含量对钙硼硅系微晶玻璃性能的影响[J]. 电子元件与材料, 2009, 28(10):34-40.
Wei P F, Zhou H Q, Zhu H K, et al. Effect of Boron Content on Properties of CaO- B_2O_3 - SiO_2 System Glass Ceramics [J]. Electronic Components and Materials, 2009, 28(10):34-40.
- [3] 王雯雯,岳云龙,杜钊,等. 硼含量及配位对铝硼硅酸盐玻璃介电性能的影响[J]. 山东陶瓷, 2012, 35(3):3-6.
Wang W W, Yue Y L, Du Z, et al. Effects of Content and Coordination State of Boron on Dielectric Properties of Aluminoborosilicate Glass [J]. Shandong Ceramics, 2012, 35(3):3-6.
- [4] 蔡宏伟,王勤华,王志花. 微波消解容量法测定玻璃中 B_2O_3 含量[J]. 武汉理工大学学报, 2005, 27(2):10-12.
Cai H W, Wang Q H, Wang Z H. Determination of B_2O_3 in Glass by Volumetric Analysis with Microwave Digestion [J]. Journal of Wuhan University of Technology, 2005, 27(2):10-12.
- [5] 朱江,邹德伟,张美华,等. ICP-AES 法同时测定土壤中有有效态的硫和硼[J]. 分析试验室, 2013, 32(9):108-111.
Zhu J, Zou D W, Zhang M H, et al. Simultaneous Determination of Available Sulfur and Boron in Soil by ICP-AES [J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2013, 32(9):108-111.
- [6] 赵庆令,李清彩,蒲军,等. 电感耦合等离子体发射光谱法同时测定土壤样品中砷硼铈碘铌硫钨铈钽钨等31种元素[J]. 岩矿测试, 2010, 29(4):455-457.
Zhao Q L, Li Q C, Pu J, et al. Simultaneous Determination of 31 Elements in Soil Samples by Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry [J]. Rock and Mineral Analysis, 2010, 29(4):455-457.
- [7] 陈安明. 电感耦合等离子体发射光谱法测定低合金钢中的痕量硼[J]. 理化检验(化学分册), 2007, 43(8):644-646.
Chen A M. Determination of Boron in Low-alloy Steel by ICP-AES [J]. Physical Testing and Chemical Analysis Part B: Chemical Analysis, 2007, 43(8):644-646.
- [8] Cheng Y. ICP-AES Determination of 15 Kind of Impurity Elements in the Vanadium-Aluminum Alloy [J]. Procedia Engineering, 2011, 24:447-453.

- [9] Thangavel S, Dash K, Dhavile S M, Sahayam A C. Determination of Traces of As, B, Bi, Ga, Ge, P, Pb, Sb, Se, Si and Te in High-purity Nickel Using Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry (ICP-OES) [J]. *Talanta*, 2015, 131: 505 - 509.
- [10] 张秀芹, 王敏, 樊祥, 等. 食品接触材料中硼酸盐的 ICP - AES 法和 ICP - MS 法比较 [J]. *中国卫生检验杂志*, 2013, 23(11): 2423 - 2425.
Zhang X Q, Wang M, Fan X, et al. Comparison of Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry and Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry for Determination of Borate in Food Contact Materials [J]. *Chinese Journal of Health Laboratory Technology*, 2013, 23(11): 2423 - 2425.
- [11] Şimşek A, Korkmaz D, Velioglu Y S, et al. Determination of Boron in Hazelnut (*Corylus avellana* L.) Varieties by Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry and Spectrophotometry [J]. *Food Chemistry*, 2003, 83(2): 293 - 296.
- [12] Krejčová A, Cernohorsky T. The Determination of Boron in Tea and Coffee by ICP-AES Method [J]. *Food Chemistry*, 2003, 82(2): 303 - 308.
- [13] 杜桂荣, 曹淑琴, 谢树军. ICP - AES 法测定硼硅酸盐玻璃中的常量及微量元素 [J]. *化学分析计量*, 2007, 16(1): 35 - 37.
Du G R, Cao S Q, Xie S J. Determination of Macroelements and Microelements in Borosilicate Glass by ICP-AES [J]. *Chemical Analysis and Meterage*, 2007, 16(1): 35 - 37.
- [14] 许才明, 张晓莉, 刘伟, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定石膏及其制品中铅、镉等 10 种元素 [J]. *检验检疫学刊*, 2014, 24(2): 11 - 14.
Xu C M, Zhang X L, Liu W, et al. Simultaneous Determination of Gypsum and Pb, Cd, Cr, As, Hg, Cu, Zn, Mn, Ni, Co Contents of Its Products by ICP-MS [J]. *Journal of Inspection and Quarantine*, 2014, 24(2): 11 - 14.
- [15] 杜米芳. 电感耦合等离子体发射光谱法同时测定玻璃中铝钙铁钾镁钠钛硫 [J]. *岩矿测试*, 2008, 27(2): 146 - 148.
Du M F. Simultaneous Determination of Al, Ca, Fe, K, Mg, Na, Ti and S in Glass Samples by Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry [J]. *Rock and Mineral Analysis*, 2008, 27(2): 146 - 148.

Determination of Boron and Other Common Elements in Borosilicate Glass by Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry

GUO Zhong-bao¹, ZHANG Yan-ni², DAI Zheng¹, WANG Xiao¹

(1. China Building Material Test & Certification Group Co. Ltd., Beijing 100024, China;

2. Beijing Municipal Institute Protection, Beijing 100054, China)

Abstract: Boron and other common elements, such as Ca, Mg, Al, Fe, Ti, Si, in borosilicate glass are commonly determined by different methods with low analytical efficiency. The measurement deviation of commonly used volumetric method for boron determination is large when B₂O₃ content is lower than 1%. B₂O₃ and other common elements were determined by Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry with sample pretreated by molten KOH and are presented in this paper. The influence of KOH dosage and sample weight is also discussed. The results showed that high efficiency and good effect were found with KOH dosage higher than 3 g, and sample weight lower than 0.4 g had no effect on B₂O₃ results. Considering other determination elements, the optimum selection of KOH dosage was 3 g, and sample weight 0.1 g. Under these conditions, all RSDs ($n=6$) of tests were less than 2%, the recoveries of each element were from 96.0% to 105.6%, each element had perfect results besides the obvious deviation of SiO₂. The limit of quantification of B₂O₃ was 0.067%. The result was still good when B₂O₃ content reached 16%. The content range of B₂O₃ determination was at least 0.067% - 16%. The accuracy and precision of this method for B₂O₃ determination were equivalent to national standard method (Volumetry) when B₂O₃ content was higher than 4% and better than volumetric method when B₂O₃ content lower than 1%. Compared with the related results, the content range of B₂O₃ determination was significantly extended in this method with high accuracy. Quantitative analysis of Ca, Mg, Al, Fe, Ti and semi-quantitative analysis of Si were simultaneously realized with B₂O₃ accurate determination. This method greatly increased analytical efficiency. Boron and other common elements can be determined quickly and accurately.

Key words: borosilicate glass; B₂O₃; major elements; KOH melting; Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry