

引用格式:迟生威,徐云,马晓卉,等.四硼酸锂-偏硼酸锂熔融电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)测定氮化硅中铁的含量[J].有色设备,2025,39(6):41-46.

CHI Shengwei, XIAN Yun, MA Xiaohui, et al. Determination of iron content in silicon nitride by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES) with lithium tetraborate-lithium metaborate fusion[J]. Nonferrous Metallurgical Equipment, 2025, 39(6): 41-46.

# 四硼酸锂-偏硼酸锂熔融电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)测定氮化硅中铁的含量

迟生威, 徐云\*, 马晓卉, 孙伟丽, 于戏波

(沈阳有色金属研究院有限公司, 辽宁 沈阳 110141)

[摘要] 本文建立了四硼酸锂-偏硼酸锂熔融电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)测定氮化硅中铁的含量的方法。采用四硼酸锂-偏硼酸锂混合熔剂对样品进行溶解,考察了称样量、四硼酸锂-偏硼酸锂混合熔剂量对铁测定结果的影响。结果表明,铁标准溶液的质量浓度与光谱强度线性良好,相关系数大于 0.999;采用基体匹配法绘制校准曲线可消除基体效应的影响,铁的检出限为 0.008 5 mg/L;以标准氮化硅样品 JCRM R005 为例,测定结果的相对标准偏差为 3.12% ( $n=6$ ),测定值与标准值基本一致;3 个氮化硅实际样品中的 Fe 元素测定的标准偏差在 2.80% ~ 3.70%;用该法对氮化硅标准样品进行测定,测定结果在标准值允许范围内。该方法具有快速、准确、灵敏度高等优点,适用于氮化硅中铁元素含量的检测。

[关键词] 四硼酸锂; 偏硼酸锂; 电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES); 氮化硅; 碱熔; 铁含量; RSD; 耐火材料

[中图分类号] O657.3

[文献标志码] A

[文章编号] 1003-8884(2025)06-0041-06

DOI:10.19611/j.cnki.cn11-2919/tg.2025.06.005

氮化硅是一种能提高能源利用率的新材料,具备一系列卓越性能如出众的抗氧化能力、热稳定性极高、产品尺寸精度高,基于这些特性,其在现代工业中的应用十分广泛,例如在高温工程中可用于制造关键部件,在冶金工业里作为高级耐火材料使用<sup>[1]</sup>。研究<sup>[2]</sup>表明,氮化硅的高温性能随着杂质元素含量的减少而显著提高。因此,对氮化硅中的微量元素(例如 Fe)的研究具有重大意义。氮化硅属于难溶化合物,在诸多文献中,已报道了多种针对氮化硅粉体中微量元素的检测方法。在实际检测工作中,所采用的仪器如电感耦合等离子体原子发射光谱仪、原子荧光光谱仪和原子吸收分光光度计已是技术成熟、商品化的仪器<sup>[3-6]</sup>。氮化硅中的微量元

素 Fe 的典型分析方法有电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)、微波消解法和电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)等<sup>[7-8]</sup>。ICP-MS 法具备独特优势,能够在同一检测过程中对沉积物里的常量元素、微量元素以及痕量元素进行同步测定。然而,该方法也存在一定局限性,ICP-MS 对盐分的耐受能力欠佳,并且某些常见的轻金属元素在采用 ICP-MS 法检测时,会产生较为严重的干扰情况,这种干扰进而对其检测的检出限造成不利影响。随着微波技术不断取得新进展,微波炉熔样技术在分析化学领域的应用场景日益丰富,其应用范围也愈发广泛。然而,对于氮化硅材料而言,微波消解法存在一定的局限性,无法使其达到完全消解的效果。

[收稿日期] 2025-06-25

[第一作者] 迟生威(1998—),男,辽宁丹东人,硕士研究生,助理工程师,主要从事有色金属、合金、贵金属、钢铁等分析检测工作。

[通信作者] 徐云(1981—),女,辽宁沈阳人,本科,正高级工程师,研究方向为矿产分析、稀贵金属分析等。

然而,ICP-AES 法展现出诸多显著优势。该方法不仅能够测定的元素范围广泛,而且线性分析范围较为宽泛,还具备检出限低、抗盐分能力强、受干扰因素较少的特点,并且在同时进行多元素测定方面能力突出<sup>[9]</sup>。

样品前处理是 ICP-AES 分析质量的重要保证。常规的酸溶法通常会采用盐酸、硝酸、高氯酸、氢氟酸等试剂来分解样品。然而,使用酸溶法溶解氮化硅样品存在一定的缺陷,样品无法充分溶解,致使对样品中 Fe 的测定结果出现偏低的现象<sup>[10]</sup>。碱熔法在溶解能力方面表现出色,且其溶解速度相较于酸溶法更快,但碱熔法也存在弊端,如常用的碳酸钠和过氧化钠等熔剂容易引入大量的碱金属,当稀释倍数较小时碱金属可能会导致喷雾器堵塞,若稀释倍数过大时,又会使方法的检出能力下降。四硼酸锂和偏硼酸锂混合熔剂是具有高熔点的非氧化性强碱熔剂,适用于化学分析,优点突出,应用广泛<sup>[11-13]</sup>。针对酸溶法溶样不彻底、碱熔法易引入碱金属等问题,本研究建立了四硼酸锂-偏硼酸锂熔融电感耦合等离子体原子发射光谱法测定氮化硅中 Fe 含量的方法。

## 1 试验部分

### 1.1 仪器与工作参数

主要仪器包括分析天平(型号:ME104,出自梅特勒-托利多仪器上海有限公司)、超声波清洗器(型号:KQ-300E,出自昆山市超声仪器有限公司)和电感耦合等离子体原子发射光谱仪(型号:ICAP 6300,出自美国赛默飞公司)。ICP-AES 最佳工作参数见表 1。

表 1 ICP-AES 工作参数

Table 1 Working parameters of ICP-AES

参数	设定值
RF 功率/W	1 150
辅助气流量/(L·min <sup>-1</sup> )	0.50
观测高度/mm	14
雾化气流量/(L·min <sup>-1</sup> )	0.75
分析泵速/(r·min <sup>-1</sup> )	50
测定次数/次	3

### 1.2 试剂

盐酸(分析纯,来自国药集团化学试剂有限公

司);四硼酸锂-偏硼酸锂混合熔剂(来自洛阳泰纳克高温仪器设备有限公司),质量比为 67:33,优级纯;Fe 元素标准储备液;氮化硅标准物质(来自钢研纳克检测技术股份有限公司):JCRM R005;高纯氩气,纯度大于 99.999%;试验用水均为二次蒸馏水。

### 1.3 试验方法

首先,使用精度为 0.000 1 g 的天平准确称取 0.500 0 g 试样,放入铂金坩埚内;然后加入 1.000 0 g 四硼酸锂-偏硼酸锂混合熔剂并充分搅拌,直至两者混合均匀;将装有试样与熔剂的铂金坩埚放置在预先设定为 800 °C 的高温炉中;待高温炉升温至 1 000 °C 时,开始计时,保持该温度 20 min;取出坩埚,待其冷却至室温后将样品放入盛有 10 mL 20% 盐酸的 200 mL 烧杯中,随后,将烧杯置于超声波清洗器中,在超声的作用下熔融物颗粒快速溶解;最后用二次水定容至 250 mL 容量瓶中,摇匀。

### 1.4 标准溶液及标准曲线

使用 Fe 元素母液,配制浓度梯度依次为 0.0、0.5、1.0、1.5、2.0、3.0 mg/L 的标准溶液 1(20% 盐酸,定容至 100 mL 容量瓶中);另外,配制与上述标准溶液 1 相同浓度梯度的加入基体匹配液(1.000 0 g 偏硼酸锂-四硼酸锂混合熔剂)的标准溶液 2。然后,选取 JCRM R005 氮化硅标准物质,严格依照 1.3 中所规定的样品处理步骤对其进行处理,得到标准溶液 3 制作校准曲线。

## 2 试验结果与讨论

### 2.1 确定分析谱线

当使用 ICP-AES 对复杂基体样品展开分析时,光谱干扰是一个不容忽视的问题。特别是经过碱熔处理的样品,其引入的盐分极有可能在 ICP-AES 分析过程中引发光谱干扰现象。因此,为了保障检测结果的精确性,挑选恰当的分析谱线显得尤为重要<sup>[14-16]</sup>。在本次试验操作中,针对浓度为 1.0 mg/L 的铁标准溶液,在特定波长范围进行了细致的谱图扫描工作。为了提高试验数据的可靠性,该扫描操作重复进行了 3 次平行测定,将每次测定的响应值进行统计计算,得到的平均响应数值详见表 2。最终确定铁 ICP-AES 分析谱线为 Fe 259.940 nm。

### 2.2 称样量的确定

由于氮化硅中杂质元素 Fe 的含量较低,因此称

表2 元素分析谱线

Table 2 Elemental analysis of spectral lines

元素	波长/nm	浓度为 1.0 mg/L 时的平均	
		响应/(Cts·s <sup>-1</sup> )	
Fe	238.204	138.67	
	239.562	128.23	
	259.940	140.38	

样量的影响较大。称样量过多,盐类太大影响测样;称样量过少,导致检测不准确。因此,本文以氮化硅标准

物质 JCRM R005 为样本,选择 0.300 0 g、0.500 0 g 和 1.000 0 g 的称样量进行对比试验。每个称样量做 3 次平行试验,结果见表 3。试验结果表明,当称样量为 0.300 0 g 时,3 组平行样的测试结果差异大,试液浓度低,检测误差大;称样量为 0.500 0 g 和 1.000 0 g 的检测数据差异小,并且与标准值(0.130%)相接近,这表明 2 个称样量的检测数据均是可靠的。因此,从节省样品和药剂用量的角度考虑,本试验选择称样量为 0.500 0 g。

表3 称样量试验数据

Table 3 Cigh the sample volume experimental data

元素	称样量 0.300 0 g			称样量 0.500 0 g			称样量 1.000 0 g		
	1 <sup>#</sup>	2 <sup>#</sup>	3 <sup>#</sup>	1 <sup>#</sup>	2 <sup>#</sup>	3 <sup>#</sup>	1 <sup>#</sup>	2 <sup>#</sup>	3 <sup>#</sup>
Fe	0.164	0.142	0.159	0.132	0.134	0.128	0.136	0.140	0.135

### 2.3 混合熔剂用量的确定

在试验过程中,混合熔剂的用量对样品处理起着关键作用。适量的熔剂能够快速有效地熔融样品,若熔剂用量过多,极有可能对试验结果的准确性产生干扰。基于此,本研究着重探究了四硼酸锂-偏硼酸锂混合熔剂的用量对试验结果造成的影响。平行称取 3 份质量均为 0.500 0 g 的氮化硅标准物质 JCRM R005,分别放置于干净的铂金坩埚中;随后,向各坩埚内依次添加 0.300 0 g、0.500 0 g、1.000 0 g 以及 1.500 0 g 的四硼酸锂-偏硼酸锂混合熔剂,其余试验条件不变。结果表明,当混合熔剂用量为 0.300 0 g 和 0.500 0 g 时,样品无法完全熔融,导致对标样进行测定时,所得测定值明显低于认定值;而当熔剂用量提升至 1.000 0 g 和 1.500 0 g 时,样品实现了完全熔融,此时测定值处于认定值范围之内。考虑到试验过程中需兼顾试剂的节约使用以及对溶液盐度的有效控制,经过综合权衡,本研究最终选定四硼酸锂-偏硼酸锂混合熔剂的用量为 1.000 0 g。

### 2.4 基体效应的消除

所谓基体效应,指的是在分析过程中,除目标分析物之外,与之共同存在的其他所有成分对目标分析物检测信号所造成的干扰现象。这种干扰会显著影响分析结果的准确性与可靠性。为降低基体效应的影响,可选用多种方法,例如基体匹配法、标准加入法以及化学分离法等<sup>[17]</sup>。众多方法里,对标准溶液与样品溶液实施基体匹配,被视为克服基体效应

最为行之有效的手段<sup>[18]</sup>。氮化硅样品具有较为复杂的基体。此前,曹等<sup>[19-21]</sup>通过使用不同基体的标准溶液来绘制校准曲线,深入探究了各元素受到基体干扰的程度。在本研究中,选用四硼酸锂-偏硼酸锂作为熔剂,这一过程会引入大量低电离能的 Li<sup>+</sup>,这些离子会抑制除分析物元素之外的其他元素的电离,影响分析结果。针对上述状况,本研究采用不同基体的标准溶液对样品展开测定,以此研究氮化硅自身以及熔剂所产生的基体效应,具体试验结果详见表 4。

表4 氮化硅标准物质 JCRM R005 中 Fe 的测定结果

Table 4 Results of Fe in silicon nitride standard

元素	测定值			标准值
	标准溶液 1	标准溶液 2	标准溶液 3	JCRM R005
Fe	0.144	0.138	0.134	0.130

由表 4 可知:使用标准溶液 1 和标准溶液 2 时 Fe 元素的测定值比标准值偏高;标准溶液 3 的测定结果与标准值最接近。因此,标准溶液 3 测定氮化硅中 Fe 含量的结果最好。综合考虑,试验选择以氮化硅标准溶液 3 按样品熔融方法制作校准曲线,能够有效消除样品和熔剂产生的基体效应。

### 2.5 方法检出限

在完成试验条件优化及分析谱线选定后,对标

准溶液进行了精确测定<sup>[22-23]</sup>。以 Fe 元素的质量浓度 (mg/L) 作为横坐标, 以对应的仪器响应值为纵坐标, 绘制标准曲线。通过专业的线性回归分析方法, 得到线性方程以及相关系数, 以此量化 Fe 元素浓度与响应值之间的关系, 如图 1 所示。为了确定检测方法的灵敏度, 平行测定空白溶液 11 次。依据国际通行的检出限计算准则, 以测定结果平均值 3 倍的标准偏差作为检出限, 最终得到 Fe 元素的检出限为 0.008 5 mg/L, 这一结果表明该方法在检测 Fe 元素时具备较高的灵敏度和可靠性。

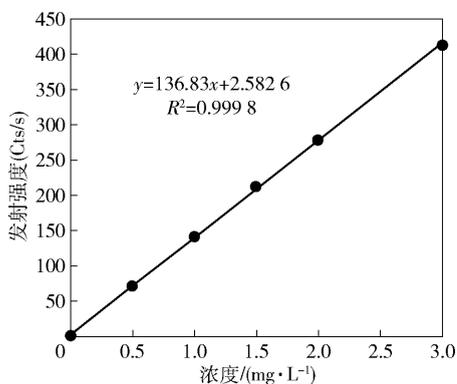


图 1 Fe 元素浓度与发射强度的标准拟合曲线

Fig.1 Standard fit curve of Fe element concentration versus emission intensity

### 2.6 精密度试验

为验证本方法的精密度, 对氮化硅标准样品 JCRM R005 平行取 6 份试样进行溶解, 分别测定样品中的各 Fe 元素的含量, 通过计算结果得到相对误差 (RE%) 和相对标准偏差 (RSD%), 结果见表 5。由试验数据可以看出 Fe 元素检测结果的相对误差 (RE%) 为 0.015%, 相对标准偏差 (RSD%) 为 3.12%, 精密度良好, 能够满足重复性的要求。

表 5 氮化硅标准样品 JCRM R005 中 Fe 元素的测定 (n = 6)

Table 5 Determination of the Fe element in the JCRM R005 of the silicon nitride standard sample (n = 6) %

元素	测定值	标准值	RE	RSD
Fe	0.132	0.128	0.015	3.12
	0.137	0.136		
	0.134	0.127		

### 2.7 加标回收试验

向氮化硅标准样品 JCRM R005 中加入 3 个不

同含量的铁元素, 按照上述试验方法制备待测样品溶液, 计算回收率, 结果见表 6。由表 6 可知, 氮化硅标准样品 JCRM R005 中铁元素的回收率为 96% ~ 102%, 表明该分析方法的准确度较高, 能满足氮化硅样品的检测要求。

表 6 回收试验结果

Table 6 Results of recovery test %

元素	本底值	加标量	测定值	回收率
Fe		0.065	0.192	96
	0.130	0.130	0.257	98
		0.260	0.395	102

### 2.8 XRF 分析

为了研究样品中的主要成分及含量, 以样品 2 为例子, 对样品进行了 X 荧光光谱 (XRF) 测试, 如图 2 所示。可以得出结论, 样品中的主要成分为 Si、Zr、Al 和 Ca, 其含量依次为 60.15%、0.960%、0.147% 和 0.112%, 并且在 Fe 259.940 nm 分析曲线中以上元素不会对样品中 Fe 的测定产生干扰。

### 3 实际样品分析效果验证

为了验证本方法的可靠性, 对试验室中 3 个氮化硅实际样品进行了测定, 计算得到相对标准偏差 (RSD%), 结果见表 7。结果表明, 3 个氮化硅样品中的 Fe 元素测定的标准偏差在 2.80% ~ 3.70%。

### 4 结论

采用四硼酸锂-偏硼酸锂 (67: 33) 复合熔剂熔融法溶解试样, 对分析谱线、称样量、熔剂量等分析条件进行优化选择, 采用已知含量标准样品制备校正曲线标准溶液, 消除基体效应, 该方法检出限低, 重复性好, 具有快速、准确、灵敏度高等优点, 可满足生产实际对氮化硅中铁元素含量的定量分析要求。

1) 建立四硼酸锂-偏硼酸锂 (67: 33) 熔融-ICP-AES 法测定氮化硅中铁含量, 在 1 000 °C 下熔融 20 min, 加入 20% 盐酸超声浸取后可高效消解试样。

2) 铁元素的校准曲线的相关性系数大于 0.999, 方法检出限为 0.008 5 mg/L, 对标准氮化硅样品 JCRM R005 进行 6 次平行测试, 得到相对标准偏差 (RSD) 为 3.12%, 测定结果的相对误差为 0.015%。精密度、准确度及灵敏度均满足检测要求。

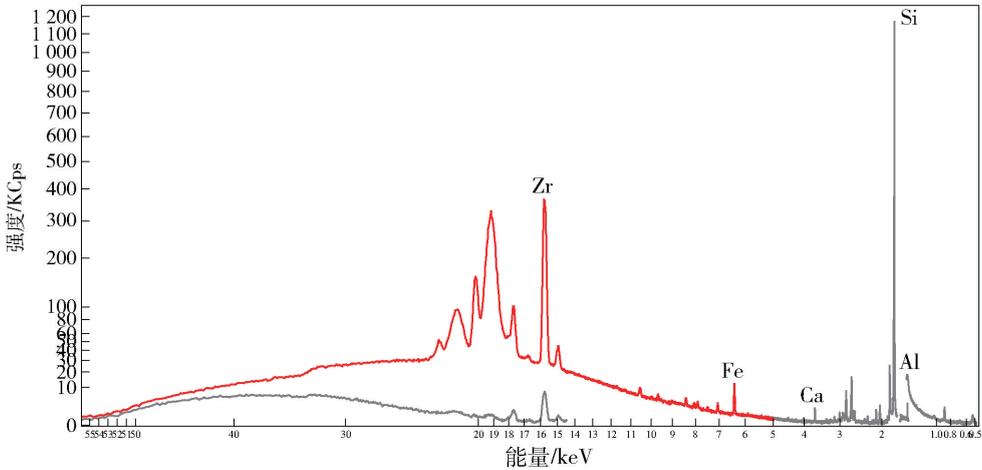


图2 样品2的X射线荧光光谱图

Fig. 2 X-ray fluorescence spectrum of sample 2

表7 氮化硅样品中Fe元素的测定结果( $n=6$ )Table 7 Results of Fe elements in silicon nitride samples ( $n=6$ )

%

元素	样品1		样品2		样品3	
	测定值	RSD	测定值	RSD	测定值	RSD
Fe	0.120	3.70	0.134	3.45	0.126	2.80

3) 该方法操作简洁、前处理高效、实用性强,可实现氮化硅中铁含量的快速精准检测。

该方法可为氮化硅材料质量评价、成分调控及资源综合利用提供可靠技术支撑,具有实际应用价值。

## [参考文献]

- [1] 邹慧君,汪正,李青,等. 悬浮液进样-液体阴极辉光放电原子发射光谱法测定高纯氮化硅粉体中微量杂质元素[J]. 分析化学,2017,45(7):973-979.
- [2] 巩琛,冀克俭,李本涛,等. ICP-AES法测定氮化硼中铁、钙含量[J]. 化学分析计量,2016,25(3):54-56.
- [3] 鲁瑞智,赵万春,马媛,等. 密闭消解-电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)法测定金镍铬铁硅硼合金粉末中铬、铁、硅含量[J]. 中国有色冶金,2024,53(2):88-92.
- [4] 佺云,马晓卉. 熔融制样-X射线荧光光谱法同时测定金红石中主、次、微量元素含量[J]. 绿色矿冶,2024,40(5):53-60.
- [5] 孙轲,葛笑寒. 电感耦合等离子体原子发射光谱法同时测定铜冶炼白烟尘中钢和锆元素含量[J]. 绿色矿冶,2023,39(3):59-62.
- [6] 杨艳辉,廖仕英,李仕红,等. 电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)测定磷酸二氢锂中钙的含量[J]. 云南冶金,2023,52(1):106-111.

- [7] 张俊峰,栾海光,王凌燕. 电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定高纯锗中痕量磷和硒[J]. 中国无机分析化学,2022,12(2):61-64.

- [8] 蒲雪萍. 复合熔剂熔融-电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定萤石中钾、钠、硅、铁、磷[J]. 中国无机分析化学,2019,9(3):28-32.

- [9] 张丽萍,孙启亮,姚明星,等. 偏硼酸锂-四硼酸锂熔融-电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定石膏中多组分含量[J]. 中国无机分析化学,2023,13(7):741-747.

- [10] 孙红宾,刘贵磊,赵怀颖,等. 偏硼酸锂熔融-ICP-AES法测定含刚玉铝土矿中主成分[J]. 分析试验室,2017,36(12):1429-1434.

- [11] 席秀丽,王生进,高艳敏,等. 偏硼酸锂-四硼酸锂熔融-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定土壤中14种成分[J]. 冶金分析,2024(4):65-72.

- [12] 邢夏,徐进力,刘彬,等. 电感耦合等离子体发射光谱法在地质样品分析中的应用进展[J]. 物探与化探,2016,40(5):998-1006.

- [13] 滕广清,张改梅,鲍希波. 四硼酸锂-偏硼酸锂熔融-重铬酸钾滴定法测定铁矿石中全铁[J]. 冶金分析,2023(9):76-80.

- [14] 王力强,王家松,魏双,等. 偏硼酸锂熔融-电感耦合等离子体发射光谱法测定钨钼矿石中钨钼及11种伴生

- 元素[J]. 岩矿测试,2021,40(5):688-697.
- [15] 杨林,邹国庆,周武权,等. 碱熔-电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)法测定钨锡矿石中钨锡钼铜铅镉砷[J]. 中国无机分析化学,2023,13(11):1191-1196.
- [16] 亢德华,王铁,于媛君,等. 电感耦合等离子体光谱法测定硅铁中杂质元素[J]. 冶金分析,2013,33(10):64-68.
- [17] 黄春贺. ICP-OES 法测定氮化硅粉中微量元素 Fe、Al、Ca 的含量[J]. 硬质合金,2007,24(3):171-173.
- [18] 王力强,王家松,魏双,等. 偏硼酸锂熔融-电感耦合等离子体发射光谱法测定钨钼矿石中钨钼及 11 种伴生元素[J]. 岩矿测试,2021,40(5):688-697.
- [19] 王佳翰,李正鹤,杨峰,等. 偏硼酸锂碱熔-电感耦合等离子体质谱法同时测定海洋沉积物中 48 种元素[J]. 岩矿测试,2021,40(2):306-315.
- [20] 曹磊,陈微微,高孝礼,等. 基体干扰对 ICP-AES 分析土壤样品中主、微量元素的影响研究[J]. 光谱学与光谱分析,2016,36(7):2260-2265.
- [21] 聂富强,杜丽丽,李景滨,等. 碱熔-电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)测定高碳高硅钢中的硅含量[J]. 中国无机分析化学,2015,5(4):74-78.
- [22] 滕广清,王彬果. 碱熔-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定石灰石中 8 种组分[J]. 冶金分析,2024,44(7):88-94.
- [23] 李浩林,王瑜,杨慧,等. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定核级 316 不锈钢中痕量铈[J]. 理化检验-化学分册,2024,60(5):477-480.

## Determination of iron content in silicon nitride by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES) with lithium tetraborate-lithium metaborate fusion

CHI Shengwei, XIAN Yun\*, MA Xiaohui, SUN Weili, YU Xibo

(CNMC Shenyang Research Institute of Nonferrous Metals Co., Ltd., Shenyang 110141, China)

**Abstract:** The paper establishes a method for the determination of iron content in silicon nitride by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES) after fusion with lithium tetraborate-lithium metaborate. Lithium tetraborate-lithium metaborate is used to dissolve the sample, and the effects of the sample weighing amount and the dosage of the lithium tetraborate-lithium metaborate mixed solvent on the determination results of iron are investigated. The results show that there is a good linear relationship between the mass concentration of the iron standard solution and the spectral intensity, and the correlation coefficient is greater than 0.999. Drawing the calibration curve by the matrix matching method can eliminate the influence of the matrix effect, and the detection limit of iron is 0.0085 mg/L. Taking the standard silicon nitride sample JCRM R005 as an example, the relative standard deviation (RSD) of the determination results is 3.12% ( $n=6$ ), and the measured value is basically consistent with the standard value. The standard deviation of the Fe element determination in the three actual silicon nitride samples was between 2.80% and 3.70%. When this method is used to determine the standard silicon nitride samples, the determination results are within the allowable range of the standard values. The method has the advantages of rapidity, accuracy, high sensitivity, etc., and is suitable for the detection of iron element content in silicon nitride.

**Keywords:** lithium tetraborate; lithium metaborate; Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES); silicon nitride; alkali fusion; iron content; RSD; refractory material ▲