



中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.3—2010
代替 GB/T 14506.3—1993

硅酸盐岩石化学分析方法 第 3 部分：二氧化硅量测定

Methods for chemical analysis of silicate rocks—
Part 3: Determination of silicon dioxide content

2010-11-10 发布

2011-02-01 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

GB/T 14506《硅酸盐岩石化学分析方法》由以下 30 部分组成：

- 第 1 部分：吸附水量测定；
- 第 2 部分：化合水量测定；
- 第 3 部分：二氧化硅量测定；
- 第 4 部分：三氧化二铝量测定；
- 第 5 部分：总铁量测定；
- 第 6 部分：氧化钙量测定；
- 第 7 部分：氧化镁量测定；
- 第 8 部分：二氧化钛量测定；
- 第 9 部分：五氧化二磷量测定；
- 第 10 部分：氧化锰量测定；
- 第 11 部分：氧化钾和氧化钠量测定；
- 第 12 部分：氟量测定；
- 第 13 部分：硫量测定；
- 第 14 部分：氧化亚铁量测定；
- 第 15 部分：锂量测定；
- 第 16 部分：铷量测定；
- 第 17 部分：铯量测定；
- 第 18 部分：铜量测定；
- 第 19 部分：铅量测定；
- 第 20 部分：锌量测定；
- 第 21 部分：镍和钴量测定；
- 第 22 部分：钒量测定；
- 第 23 部分：铬量测定；
- 第 24 部分：镉量测定；
- 第 25 部分：钼和钨量测定；
- 第 26 部分：钡量测定；
- 第 27 部分：镍量测定；
- 第 28 部分：16 个主次成分量测定；
- 第 29 部分：稀土等 22 个元素量测定；
- 第 30 部分：44 个元素量测定。

本部分为 GB/T 14506 的第 3 部分。

本部分代替 GB/T 14506.3—1993《硅酸盐岩石化学分析方法 二氧化硅的测定》。

本部分与原部分相比，主要变化如下：

- 增加了规范性引用文件；
- 增加了警示、警告内容。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

GB/T 14506.3—2010

本部分负责起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分起草单位：浙江省地质矿产研究所。

本部分主要起草人：胡勇平、郑存江、张明杰。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 14506.3—1993。



硅酸盐岩石化学分析方法

第3部分:二氧化硅量测定

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 14506 的本部分规定了硅酸盐岩石中二氧化硅量的测定方法。

本部分适用于硅酸盐岩石中二氧化硅量的测定,也适用于土壤和水系沉积物中二氧化硅量的测定。
测定范围:大于5%的二氧化硅量。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 14506 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14506.1 硅酸盐岩石化学分析方法 第1部分:吸附水量测定

3 聚环氧乙烷重量法

3.1 原理

试料用碳酸钠熔融,盐酸浸取,蒸发至小体积,加聚环氧乙烷凝聚硅酸,过滤,灼烧,称重。加氢氟酸、硫酸处理,使硅以四氟化硅形式除去,再灼烧称重。处理前后质量之差即为沉淀中的二氧化硅量。残渣用焦硫酸钾熔融,水提取并入二氧化硅滤液中。经解聚后用钼蓝光度法测定滤液中的残余二氧化硅,两者之和即为试料中二氧化硅量。

3.2 试剂

本部分除非另有说明,在分析中均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 要求的分析实验室用水。

3.2.1 无水碳酸钠(优级纯)。

3.2.2 过氧化钠。

3.2.3 硼酸。

3.2.4 焦硫酸钾。

3.2.5 甲醇。

3.2.6 无水乙醇。

3.2.7 乙醇(6+4)。

3.2.8 盐酸(ρ 1.19 g/mL),优级纯。

3.2.9 盐酸(1+1)。

3.2.10 盐酸(5+95)。

3.2.11 盐酸 $c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$ 。

3.2.12 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。警告——氢氟酸有毒并有腐蚀性,操作时戴手套,防止皮肤接触。

3.2.13 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

3.2.14 硫酸(1+1)。警告——不当的稀释易发生危险！

3.2.15 钼酸铵溶液(50 g/L)。贮于塑料瓶中。

3.2.16 氢氧化钠溶液(100 g/L)。贮于塑料瓶中。

3.2.17 聚环氧乙烷溶液(1 g/L):称取 0.1 g 聚环氧乙烷溶解于 100 mL 水中,搅拌,放置过夜,过滤后使用。

3.2.18 抗坏血酸溶液(50 g/L)。用时现配。

3.2.19 二氧化硅标准溶液的配制:

a) 二氧化硅标准溶液(200 $\mu\text{g/mL}$):

称取 0.200 0 g 预先经 1 000 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的高纯二氧化硅,置于铂坩埚中,加 1 g 过氧化钠(3.2.2)混匀,上面再覆盖 1 g 过氧化钠(3.2.2),置于 520 $^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 的高温炉内熔融 10 min。取出冷却,用滤纸擦净坩埚外壁,放在塑料烧杯中用热水浸取,洗出坩埚和盖,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,迅速用水稀释至刻度,摇匀。立即转入干燥的塑料瓶中保存;

b) 二氧化硅标准溶液(20.0 $\mu\text{g/mL}$):

分取 10 mL 二氧化硅标准溶液[3.2.19a)],置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。立即转入干燥的塑料瓶中保存。用时现配。

3.2.20 硝酸银溶液(10 g/L):贮于棕色瓶中。

3.2.21 酚酞乙醇溶液(1 g/L):称取 0.1 g 酚酞溶解于 100 mL 乙醇(3.2.7)中。

3.3 仪器

3.3.1 分光光度计。

3.3.2 天平:三级,感量 0.1 mg。

3.4 试样

3.4.1 试样粒径应小于 74 μm 。

3.4.2 试样应在 105 $^{\circ}\text{C}$ 预干燥 2 h~4 h,置于干燥器中,冷却至室温。

3.4.3 对易吸水的岩石,应取空气干燥试样,在称样的同时按 GB/T 14506.1 进行吸附水量的测定。最终以干态计算结果。

3.5 分析步骤

3.5.1 测定数量

同一试料,一般应进行双份测定,或按一定比例进行双份测定。

3.5.2 试料量

称取 1 g 试料,精确至 0.1 mg。



3.5.3 空白试验

随同试料进行两份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

3.5.4 验证试验

随同试料分析同类型的标准物质。

3.5.5 测定

3.5.5.1 试料的分解

将试料(3.5.2)置于预先盛有 6 g 无水碳酸钠(3.2.1)的铂坩埚中,搅拌均匀,再覆盖 1 g 无水碳酸钠(3.2.1)。盖上铂坩埚盖,放入高温炉中,于 1 000 $^{\circ}\text{C}$ 熔融 40 min,取出冷却。

注 1: 如试料中重金属含量 $> 1 \text{ mg}$ 时,先用王水处理。将试料(3.5.2)置于 250 mL 烧杯中,加 15 mL 盐酸(3.2.8),于电热板上加热 10 min,加 5 mL 硝酸(3.2.13)。继续加热蒸发至干,再加 5 mL 盐酸(3.2.8),蒸干。加少量盐酸(3.2.9),加水至约 50 mL,加热使盐类溶解,取下,用致密定量滤纸过滤,滤液保留。滤纸和残渣置于铂坩埚中,灰化,再用无水碳酸钠(3.2.1)熔融,熔块连同坩埚在原滤液中浸取后,按(3.5.5.2)继续进行。

注 2: 铝含量太高时,可适当延长熔矿时间至 1 h。

3.5.5.2 熔块的浸取和硅酸的凝聚

用滤纸擦净坩埚外壁,放入 250 mL 烧杯中,盖上表面皿,慢慢加入 50 mL 盐酸(3.2.9),待剧烈反应停止后,加热使熔块脱落,洗出坩埚和坩埚盖。如有结块,用玻璃棒压碎。架上玻璃三角架后盖上表面皿,置于沸水浴上蒸发至约 10 mL,取下,冷却,加 10 mL 盐酸(3.2.8),加 5 mL 聚环氧乙烷溶液(3.2.17),搅匀。放置 5 min,加水约 30 mL,搅拌使可溶性盐类溶解,用中速定量滤纸过滤,滤液收集于 250 mL 容量瓶中,将沉淀全部转入滤纸上,用盐酸(3.2.10)洗涤烧杯与滤纸各数次,并用橡皮擦头和一小片滤纸擦净玻璃棒和烧杯,再用水洗沉淀和滤纸至无氯离子[用硝酸银溶液(3.2.20)检查]。

注:如试料含氟>0.3%,在用酸浸取熔块时,加入 0.5 g 硼酸(3.2.3),使氟与硼结合成 HBF_4 ,在以后蒸发溶液时,氟以 BF_3 形式逸去,不影响测定。但过剩的硼在硅酸脱水时以硼酸状态混入硅酸沉淀中,灼烧成三氧化二硼,当用氢氟酸-硫酸处理时,三氧化二硼又与氟生成 BF_3 而逸出,使二氧化硅结果偏高。故需在沉淀灼烧后,用甲醇(3.2.5)处理,使硼全部呈硼甲醚 $\text{B}(\text{OCH}_3)_3$ 挥发除去。

3.5.5.3 沉淀的灼烧、称重和处理

将滤纸连同沉淀放入铂坩埚中,低温灰化。将铂坩埚放入高温炉中,在 1 000 °C 灼烧 1 h,取出稍冷却后,放入干燥器中,冷却 20 min,称重。再在 1 000 °C 下反复灼烧 30 min 直至恒重。沿坩埚壁加 3 滴~5 滴水润湿沉淀,加 10 滴硫酸(3.2.14)、5 mL 氢氟酸(3.2.12),加热蒸发至白烟冒尽,将坩埚连同残渣置于 1 000 °C 高温炉中灼烧 30 min,取出稍冷却后,放入干燥器中,冷却 20 min,称重。再在 1 000 °C 下反复灼烧 30 min 直至恒重。两次称重质量之差为沉淀中二氧化硅量。

3.5.5.4 残渣的熔融

残渣用 1 g~2 g 焦硫酸钾(3.2.4)在 600 °C~700 °C 熔融 5 min,加 5 mL 水及 1 mL 盐酸(3.2.9)加热溶解,并入收集滤液移入 250 mL 容量瓶中,加 15 mL 盐酸(3.2.9),冷却至室温,用水稀释至刻度,摇匀。此为滤液 A。保留滤液 A 用于残余二氧化硅量、总铁量、三氧化二铝量、氧化钙量、氧化镁量、氧化铁量、氧化锰量、五氧化二磷量的测定。

3.5.5.5 滤液中残余二氧化硅量的测定

3.5.5.5.1 硅酸的解聚

分取 10 mL 滤液 A(3.5.5.4)置于 50 mL 聚四氟乙烯烧杯或 30 mL~50 mL 铂坩埚中,加 10 mL 氢氧化钠溶液(3.2.16),搅匀。置于电热板上加热微沸数分钟,取下冷却,加 1 滴酚酞指示剂(3.2.21),先用较浓的盐酸(3.2.9)中和大量的碱后,再用稀盐酸(3.2.11)中和至红色褪去并过量 6 mL,移入 100 mL 容量瓶中。

3.5.5.5.2 校准溶液系列的配制

分取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 二氧化硅标准溶液[3.2.19b)],置于一系列盛有 10 mL 盐酸(3.2.10)的 100 mL 容量瓶中,加水至约 40 mL,加 10 mL 无水乙醇(3.2.6),摇匀。放置 20 min 后,加 10 mL 硫酸(3.2.14),摇匀。放置 10 min 后,加 5 mL 抗坏血酸溶液(3.2.18),摇匀。用水稀释至刻度,摇匀。

3.5.5.5.3 显色和测定

向试液(3.5.5.5.1)中加 10 mL 无水乙醇(3.2.6),摇匀。加 5 mL 钼酸铵溶液(3.2.15),摇匀。放置 20 min 后,加 10 mL 硫酸(3.2.14),摇匀。放置 10 min 后,加 5 mL 抗坏血酸溶液(3.2.18),摇匀。用水稀释至刻度,摇匀。放置 1 h 后,用 2 cm 比色皿,在分光光度计上波长 660 nm 处,以试剂空白为参比测量吸光度。

3.5.5.5.4 校准曲线绘制

以浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。从校准曲线上查得相应的二氧化硅量。

3.6 结果计算

计算结果以质量分数 $w(\text{SiO}_2)$ 计,数值以 % 表示,按式(1)计算二氧化硅量。

$$w(\text{SiO}_2) = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m} \times 100 + \frac{(m_5 - m_0)V \times 10^{-6}}{mV_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- m_1 ——处理前沉淀与坩埚质量,单位为克(g);
- m_2 ——处理后残渣与坩埚质量,单位为克(g);
- m_3 ——处理前空白坩埚质量,单位为克(g);
- m_4 ——处理后空白坩埚质量,单位为克(g);
- m_5 ——从校准曲线上查得试料溶液的二氧化硅量,单位为微克(μg);
- m_0 ——从校准曲线上查得试料空白溶液的二氧化硅量,单位为微克(μg);
- V ——试料溶液总体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——分取试料溶液体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料量,单位为克(g)。

分析结果保留至小数点后第二位。

3.7 精密度

聚环氧乙烷重量法测定硅酸盐岩石中二氧化硅量结果的精密度见表 1。

表 1 精密度 %

成分	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
SiO ₂	35.6~90.4	$r=0.198+0.002\ 6m$	$R=0.346+0.002\ 1m$
注：本精密度数据是由 8 个实验室对 10 个水平的试料进行实验确定的。			

4 动物胶凝聚重量法

4.1 原理

试料用碳酸钠熔融,盐酸浸取,蒸发至湿盐状,加盐酸,用动物胶凝聚硅酸,过滤,灼烧,称重。加氢氟酸、硫酸处理,使硅以四氟化硅形式除去,再灼烧称重。处理前后质量之差为沉淀中的二氧化硅量。残渣用焦硫酸钾熔融,水提取并入二氧化硅滤液中。经解聚后用钼蓝光度法测定滤液中残余的二氧化硅,两者之和即为试料中二氧化硅量。

4.2 试剂

本部分除非另有说明,在分析中均使用符合国家标准的分析纯试剂和二次蒸馏水,去离子水应经过蒸馏后使用。

- 4.2.1 无水碳酸钠,优级纯。
- 4.2.2 过氧化钠。
- 4.2.3 硼酸。
- 4.2.4 焦硫酸钾。
- 4.2.5 甲醇。
- 4.2.6 无水乙醇。
- 4.2.7 乙醇(6+4)。
- 4.2.8 盐酸($\rho 1.19\ \text{g/mL}$),优级纯。
- 4.2.9 盐酸(1+1)。
- 4.2.10 盐酸(5+95)。
- 4.2.11 盐酸 $c(\text{HCl})=1\ \text{mol/L}$ 。
- 4.2.12 氢氟酸($\rho 1.15\ \text{g/mL}$)。警告——氢氟酸有毒并有腐蚀性,操作时应戴手套,防止皮肤接触。
- 4.2.13 硝酸($\rho 1.42\ \text{g/mL}$),优级纯。
- 4.2.14 硫酸(1+1)。警告——不当的稀释易发生危险!
- 4.2.15 钼酸铵溶液(50 g/L)。贮于塑料瓶中。

- 4.2.16 氢氧化钠溶液(100 g/L)。贮于塑料瓶中。
- 4.2.17 动物胶溶液(10 g/L)。称取 1 g 动物胶溶解于 70 °C 的 100 mL 水中。用时现配。
- 4.2.18 抗坏血酸溶液(50 g/L)。用时现配。
- 4.2.19 二氧化硅标准溶液的配制:
- 二氧化硅标准溶液(200 $\mu\text{g/mL}$):
称取 0.200 0 g 预先经 1 000 °C 灼烧 1 h 的高纯二氧化硅,置于铂坩埚中,加 1 g 过氧化钠(4.2.2)混匀,上面再覆盖 1 g 过氧化钠(4.2.2),在 520 °C \pm 10 °C 的高温炉内熔融 10 min。取出冷却,用滤纸擦净坩埚外壁,放在塑料烧杯中用热水浸取,洗出坩埚和盖,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,迅速用水稀释至刻度,摇匀。立即转入干燥的塑料瓶中保存;
 - 二氧化硅标准溶液(20.0 $\mu\text{g/mL}$):
分取 10.0 mL 二氧化硅标准溶液[4.2.19a)],置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。立即转入干燥的塑料瓶中保存。用时现配。
- 4.2.20 硝酸银溶液(10 g/L)。贮于棕色瓶中。
- 4.2.21 酚酞乙醇溶液(1 g/L)。称取 0.1 g 酚酞溶解于 100 mL 乙醇(4.2.7)中。
- 4.3 仪器
- 4.3.1 分光光度计。
- 4.3.2 天平:三级,感量 0.1 mg。
- 4.4 试样
- 4.4.1 试样粒径应小于 74 μm 。
- 4.4.2 试样应在 105 °C 预干燥 2 h~4 h,置于干燥器中,冷却至室温。
- 4.4.3 对易吸水的岩石,应取空气干燥试样,在称样的同时按 GB/T 14506.1 进行吸附水量的测定。最终以干态计算结果。
- 4.5 分析步骤
- 4.5.1 测定数量
同一试料,一般应进行双份测定,或按一定比例进行双份测定。
- 4.5.2 试料量
称取 1 g 试料,精确至 0.1 mg。
- 4.5.3 空白试验
随同试料进行两份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。
- 4.5.4 验证试验
随同试料分析同类型的标准物质。
- 4.5.5 测定
- 4.5.5.1 试料的分解
将试料(4.5.2)置于预先盛有 6 g 无水碳酸钠(4.2.1)的铂坩埚中,搅拌均匀,再覆盖 1 g 无水碳酸钠(4.2.1)。盖上铂坩埚盖,放入高温炉中,于 1 000 °C 熔融 40 min,取出冷却。
- 注 1: 如试料中重金属含量 $> 1 \text{ mg}$ 时,先用王水处理。将试料(4.5.2)置于 250 mL 烧杯中,加 15 mL 盐酸(4.2.8),于电热板上加热 10 min,加 5 mL 硝酸(4.2.13),继续加热蒸发至干,再加 5 mL 盐酸(4.2.8),蒸干。加少量盐酸(4.2.9),加水至约 50 mL,加热使盐类溶解,取下,用致密定量滤纸过滤,滤液保留。滤纸和残渣置于铂坩埚中,灰化,再用无水碳酸钠(4.2.1)熔融,熔块连同坩埚在原滤液中浸取后,按(4.5.5.2)继续进行。
- 注 2: 铝含量太高时,可适当延长熔矿时间至 1 h。
- 4.5.5.2 熔块的浸取和硅酸的凝聚
用滤纸擦净坩埚外壁,放入 250 mL 烧杯中,盖上表面皿,慢慢加入 50 mL 盐酸(4.2.9),待剧烈反应停止后,加热使熔块脱落,洗出坩埚和坩埚盖。如有结块,用玻璃棒压碎。架上玻璃三角架后盖上表

面皿,放在沸水浴上蒸发至湿盐状,取下,冷却,用玻璃棒压碎盐类,加 20 mL 盐酸(4.2.8),加热微沸 1 min,将烧杯置于 70 °C 水浴中,加入 10 mL 动物胶(4.2.17),充分搅拌 1 min,并在水浴上保持 10 min,取下用水冲洗表面皿,加水至约 40 mL,搅拌使可溶性盐类溶解,用中速定量滤纸过滤,滤液收集于 250 mL 容量瓶中,将沉淀全部转入滤纸上,用盐酸(4.2.10)洗涤沉淀与烧杯各数次,并用橡皮擦头和一小片滤纸擦净玻璃棒和烧杯,再用水洗沉淀和滤纸至无氯离子[用硝酸银溶液(4.2.20)检查]。

注:如试料含氟>0.3%时,在用酸浸取熔块时,加入 0.5 g 硼酸(4.2.3),使氟与硼结合成 HBF_4 ,在以后蒸发溶液时氟以 BF_3 形式逸去,不影响测定,但过剩的硼在硅酸脱水时以硼酸状态混入硅酸沉淀中,灼烧成三氧化二硼,当用氢氟酸-硫酸处理时三氧化二硼又与氟生成 BF_3 而逸出,使二氧化硅结果偏高。故需在沉淀灼烧后,用甲醇(4.2.5)处理,使硼全部呈硼甲醚 $\text{B}(\text{OCH}_3)_3$ 挥发除去。

4.5.5.3 沉淀的灼烧、称重和处理

将滤纸连同沉淀放入铂坩埚中,低温灰化。将铂坩埚放入高温炉中,在 1 000 °C 灼烧 1 h,取出稍冷却后,放入干燥器中,冷却 20 min,称重。再在同样温度下反复灼烧 30 min 直至恒重。沿坩埚壁加 3 滴~5 滴水润湿沉淀,加 10 滴硫酸(4.2.14)、5 mL 氢氟酸(4.2.12),加热蒸发至白烟冒尽,将坩埚连同残渣置于 1 000 °C 的高温炉中灼烧 30 min,取出稍冷却后,放入干燥器中,冷却 20 min,称重。再在同样温度下反复灼烧 30 min 直至恒重。两次称重质量之差为沉淀中二氧化硅量。

4.5.5.4 残渣的熔融

残渣用 1 g~2 g 焦硫酸钾(4.2.4)在 600 °C~700 °C 熔融 5 min,加几毫升水及几滴盐酸(4.2.9)加热溶解,并入收集滤液的 250 mL 容量瓶中,冷却至室温,用水稀释至刻度,摇匀。此为滤液 A。保留滤液 A 用于残余二氧化硅量、总铁量、三氧化二铝量、氧化钙量、氧化镁量、三氧化铁量、氧化锰量、五氧化二磷量的测定。

4.5.5.5 滤液中残余二氧化硅的测定

4.5.5.5.1 硅酸的解聚

分取 10 mL 滤液 A(4.5.5.4)置于 50 mL 聚四氟乙烯烧杯或 30 mL~50 mL 铂坩埚中,加 10 mL 氢氧化钠溶液(4.2.16)搅匀。置于电热板上加热微沸数分钟,取下冷却,加 1 滴酚酞指示剂(4.2.21),先用较浓的盐酸(4.2.9)中和大量的碱后,再用稀盐酸(4.2.11)中和至红色褪去并过量 6 mL,移入 100 mL 容量瓶中。

4.5.5.5.2 校准溶液系列的配制

取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 二氧化硅标准溶液[4.2.19b)],置于一系列盛有 10 mL 盐酸(4.2.11)的 100 mL 容量瓶中,加水至 40 mL 左右。

4.5.5.5.3 显色和测定

向试液(4.5.5.5.1,4.5.5.5.2)加 10 mL 无水乙醇(4.2.6),摇匀。加 5 mL 钼酸铵溶液(4.2.15),摇匀。放置 20 min 后,加 10 mL 硫酸(4.2.14),摇匀。放置 10 min,加 5 mL 抗坏血酸溶液(4.2.18),摇匀。用水稀释至刻度,摇匀。放置 1 h 后,在分光光度计上,用 2 cm 比色皿,波长 660 nm 处以试剂空白为参比测量吸光度。

4.5.5.5.4 校准曲线绘制

以浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。从校准曲线上查得相应的二氧化硅量。

4.6 结果计算

计算结果以质量分数 $w(\text{SiO}_2)$ 计,数值以%表示,按式(2)计算二氧化硅量。

$$w(\text{SiO}_2) = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m} \times 100 + \frac{(m_5 - m_0)V \times 10^{-6}}{mV_1} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_1 ——处理前沉淀与坩埚质量,单位为克(g);

m_2 ——处理后残渣与坩埚质量,单位为克(g);

m_3 ——处理前空白坩埚质量,单位为克(g);
 m_4 ——处理后空白坩埚质量,单位为克(g);
 m_5 ——从校准曲线上查得试料溶液的二氧化硅量,单位为微克(μg);
 m_0 ——从校准曲线上查得试料空白溶液的二氧化硅量,单位为微克(μg);
 V ——试料溶液总体积,单位为毫升(mL);
 m ——试料量,单位为克(g);
 V_1 ——分取试料溶液体积,单位为毫升(mL)。
分析结果保留至小数点后第二位。

4.7 精密度

动物胶凝聚重量法测定硅酸盐岩石中二氧化硅量结果的精密度见表 2。

表 2 精密度 %

成分	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
SiO ₂	35.7~90.5	$r=0.225+0.001\ 3m$	$R=0.778+0.003\ 9m$
注：本精密度数据是由 9 个实验室对 10 个水平的试料进行实验确定的。			





中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
硅酸盐岩石化学分析方法
第 3 部分：二氧化硅量测定
GB/T 14506.3—2010

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

*

书号：155066·1-40947

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533



GB/T 14506.3—2010