



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.4—2010  
代替 GB/T 14506.4—1993

---

## 硅酸盐岩石化学分析方法 第 4 部分：三氧化二铝量测定

Methods for chemical analysis of silicate rocks—  
Part 4: Determination of aluminium oxide 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 发布  
中国国家标准化管理委员会



中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
硅酸盐岩石化学分析方法  
第 4 部分：三氧化二铝量测定

GB/T 14506.4—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](http://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 0.5 字数 10 千字  
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

\*

书号：155066·1-40948

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

## 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 4 部分。

本部分代替 GB/T 14506.4—1993《硅酸盐岩石化学分析方法 氟化物取代络合滴定法测定三氧化二铝量》。

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。



**GB/T 14506.4—2010**

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

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 14506.4—1993。



## 硅酸盐岩石化学分析方法

### 第4部分：三氧化二铝量测定

**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三氧化二铝量的测定方法。

本部分适用于硅酸盐岩石中三氧化二铝量的测定,也适用于土壤和水系沉积物中三氧化二铝量的测定。

测定范围:3%~20%的三氧化二铝量。

#### 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 原理

试料用碳酸钠熔融,取分离二氧化硅后的滤液进行测定,或者用氢氟酸、硫酸处理,焦硫酸钾熔融制备的溶液进行测定。在盐酸介质中,加入过量 EDTA 使与铁、铝、钛等络合,调至 pH6,以二甲酚橙为指示剂,用锌盐标准溶液滴定过量的 EDTA,然后加入氟化钾取代与铝、钛络合的 EDTA,再用锌盐标准溶液滴定释放出来的 EDTA,此为铝、钛含量,从中减去钛量即得铝量。

#### 4 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 的分析实验室用水。

- 4.1 焦硫酸钾。
- 4.2 氢氟酸( $\rho$ 1.15 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。
- 4.3 无水乙醇。
- 4.4 硫酸(1+1)。警告——不当的稀释易发生危险!
- 4.5 冰乙酸( $\rho$ 1.05 g/mL)。
- 4.6 乙酸(1+1)。
- 4.7 盐酸(1+1)。
- 4.8 盐酸(1+9)。
- 4.9 氨水(1+1)。
- 4.10 乙酸锌溶液(50 g/L)。
- 4.11 氟化钠溶液(200 g/L)。贮于塑料瓶中。
- 4.12 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH5.7):称取 200 g 乙酸钠( $\text{NaAc} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )溶解于水中,加 6 mL 冰乙酸

(4.5),用水稀释至 1 000 mL。

4.13 EDTA 溶液  $c(\text{EDTA})=0.1 \text{ mol/L}$ :称取 37.2 g EDTA 二钠盐,加热溶解于水中,冷却后,加水至 1 000 mL,摇匀。

4.14 三氧化二铝标准溶液:准确称取 0.529 3 g 高纯金属铝片[预先用盐酸(4.7)洗净表面,然后分别用水和无水乙醇洗涤,风干后备用],置于烧杯中,用 20 mL 盐酸(4.7)溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,冷却至室温,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1.000 0 mg 三氧化二铝。

4.15 乙酸锌标准滴定溶液的配制和标定:

a) 乙酸锌标准滴定溶液的配制  $\{c[\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]=0.010 0 \text{ mol/L}\}$ :

称取 4.4 g 乙酸锌  $[\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$  溶解于水中,用乙酸(4.6)调整至 pH5.7,过滤,加水至 2 000 mL;

b) 乙酸锌标准滴定溶液的标定:

取 10.0 mL(或 5.00 mL)三氧化二铝标准溶液(4.14),置于 200 mL 烧杯中,以下按(6.5.2)分析步骤进行;

c) 乙酸锌标准滴定溶液对三氧化二铝滴定度按式(1)计算。

$$T = \frac{m}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$T$ ——乙酸锌标准滴定溶液对三氧化二铝的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$m$ ——分取三氧化二铝量,单位为毫克(mg);

$V$ ——消耗乙酸锌标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL)。

4.16 刚果红试纸。

4.17 半二甲酚橙溶液(5 g/L)。

## 5 试样

5.1 试样粒径应小于 74  $\mu\text{m}$ 。

5.2 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。

5.3 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。

## 6 分析步骤

### 6.1 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。

### 6.2 试料量

系统分析分取相当于 60 mg 或 100 mg 试料的滤液 A[GB/T 14506.3 中(3.5.5.4)或(4.5.5.4)分离  $\text{SiO}_2$  后的试料溶液,下同]。

单独取样,称取 0.2 g 试料,精确至 0.1 mg。

三氧化二铝含量大于 15%时分取相当于 60 mg 试料的溶液,含量小于 15%时分取相当于 100 mg 试料的溶液。

### 6.3 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。

### 6.4 验证试验

随同试料分析同类型含量相近的标准物质。

6.5 测定

6.5.1 试料的分解

6.5.1.1 系统溶液中分取

由碱熔分离二氧化硅后的滤液 A 得到测定试液。

6.5.1.2 单独取样

将试料(6.2)置于铂坩埚中,用水润湿,加 1 mL 硫酸(4.4),加 5 mL 氢氟酸(4.2),置于电热板上加热并蒸发至冒尽白烟,取下冷却,用水冲洗坩埚内壁,补加几滴硫酸(4.4),再蒸发至白烟冒尽。取下,加约 5 g 焦硫酸钾(4.1),于 600 ℃~700 ℃加热使残渣熔融(或将铂坩埚置于已升温至 700 ℃的高温炉内,熔融 5 min~10 min),取出放置冷却,擦净坩埚外壁,置于已加入 20 mL 水及 2 mL 盐酸(4.7)的 150 mL 烧杯中,加热浸取,洗出坩埚,冷却后移入 50 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

6.5.2 试液的分取

根据三氧化二铝含量,按(6.2)分取 25.0 mL 或 15.0 mL 试液,置于 200 mL 烧杯中,加 10 mL EDTA 溶液(4.13),放入一小片刚果红试纸(4.16),用氨水(4.9)调至刚果红试纸变红色,盖上表面皿,加热煮沸 2 min~3 min,取下,加 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(4.12),置于冷水中冷却,用水冲洗表面皿及烧杯壁,加 2 滴~3 滴半二甲酚橙指示剂(4.17),滴加乙酸锌溶液(4.10)至近终点,继而再用乙酸锌标准滴定溶液(4.15)滴定至橙红色为终点(不计读数),立即加入 5 mL 氟化钠溶液(4.11),搅匀,用玻璃棒压住刚果红试纸(4.16),再小心煮沸 3 min,取下立即放流水中冷却,用乙酸锌标准滴定溶液(4.15)滴定至橙红色为终点,记下读数,此为铝、钛含量。将二氧化钛量结果乘以 0.638 1,从铝、钛含量结果中减去,即为试料中三氧化二铝量。

7 结果计算

计算结果以质量分数  $w(\text{Al}_2\text{O}_3)$  计,数值以 % 表示,按式(2)计算三氧化二铝量:

$$w(\text{Al}_2\text{O}_3) = \frac{(V_1 - V_0)TV \times 10^{-3}}{mV_2} \times 100 - w(\text{TiO}_2) \times 0.638\ 1 \quad \cdots\cdots\cdots(2)$$

式中:

- $V_1$ ——滴定试料溶液消耗乙酸锌标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
  - $V_0$ ——滴定试料空白溶液消耗乙酸锌标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
  - $T$ ——乙酸锌标准滴定溶液对三氧化二铝的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
  - $V$ ——试料溶液总体积,单位为毫升(mL);
  - $m$ ——试料量,单位为克(g);
  - $V_2$ ——分取试料溶液体积,单位为毫升(mL);
  - 0.638 1——二氧化钛对三氧化二铝的换算因数。
- 分析结果保留至小数点后第二位。

8 精密度

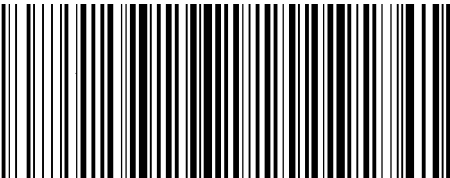
硅酸盐岩石中三氧化二铝量测定结果的精密度见表 1。

 表 1 精密度 %

成分	水平范围 $m$	重复性限 $r$	再现性限 $R$
$\text{Al}_2\text{O}_3$	3.52~18.79	$r=0.137m$	$R=0.231+0.009\ 7m$
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。			

参 考 文 献

[1] GB/T 14506.3 硅酸盐岩石化学分析方法 第3部分:二氧化硅量测定



GB/T 14506.4—2010

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066 • 1-40948