



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.5—2010  
代替 GB/T 14506.5—1993

---

## 硅酸盐岩石化学分析方法 第 5 部分：总铁量测定

Methods for chemical analysis of silicate rocks—  
Part 5: Determination of ferric 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



## 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 5 部分。

本部分代替 GB/T 14506.5—1993《硅酸盐岩石化学分析方法 三氧化二铁测定》。

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；
- 将称取试料量和分取溶液改为列表表示。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

## GB/T 14506.5—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、孙朝阳。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 14506.5—1993。



# 硅酸盐岩石化学分析方法

## 第 5 部分：总铁量测定

**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总铁量(以  $\text{TFe}_2\text{O}_3$  计)的测定方法。

本部分适用于硅酸盐岩石中总铁量测定，也适用于土壤和水系沉积物中总铁量的测定。

测定范围：重铬酸钾容量法，大于 5% 的总铁量。磺基水杨酸光度法，0.05%~15% 的总铁量。邻二氮杂菲光度法，0.01%~15% 的总铁量。

### 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

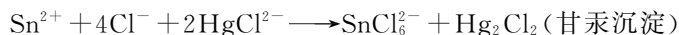
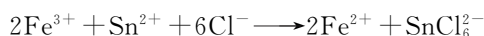
GB/T 14506.1 硅酸盐岩石化学分析方法 第 1 部分：吸附水量测定

### 3 重铬酸钾容量法

#### 3.1 原理

试样用过氧化钠熔融，水提取，盐酸酸化；或者使用分离二氧化硅后的滤液，用氨水沉淀铁，过滤分离铂，沉淀用酸溶解后制成盐酸溶液。分取制得的溶液，加入氯化亚锡将三价铁还原为二价铁，再用氯化汞氧化过量的氯化亚锡，以二苯胺磺酸钠为指示剂，用重铬酸钾标准滴定溶液滴定，计算总铁量(以  $\text{TFe}_2\text{O}_3$  计)。

其反应式为：



#### 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 的分析实验室用水。

##### 3.2.1 过氧化钠。

##### 3.2.2 氟化铵。

##### 3.2.3 硫酸(1+1)。警告——不当的稀释易发生危险！

##### 3.2.4 硫酸(5+95)。

##### 3.2.5 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

##### 3.2.6 盐酸(1+1)。

##### 3.2.7 盐酸(1+2)。

##### 3.2.8 盐酸(5+95)。

3.2.9 饱和硼酸溶液。

3.2.10 氨水(1+1)。

3.2.11 氯化铵溶液(20 g/L):称取 2 g 氯化铵溶解于 100 mL 水中,以甲基红溶液为指示剂(3.2.17),用氨水(3.2.10)中和至黄色。

3.2.12 氯化亚锡溶液(150 g/L):称取 15 g 氯化亚锡( $\text{SnCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )溶解于 30 mL 盐酸(3.2.5)中,加水至 100 mL,混匀,加几粒锡粒,贮于棕色瓶中。

3.2.13 氯化汞溶液(50 g/L):称取 5 g 氯化汞溶解于 100 mL 水中。

3.2.14 硫-磷混合酸:将 150 mL 浓硫酸缓缓倒入 700 mL 水中,冷却后加入 150 mL 磷酸,混匀。

3.2.15 硫酸亚铁铵溶液  $c[\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]=0.005\ 0\ \text{mol/L}$ :称取 0.98 g 硫酸亚铁铵溶解于硫酸(3.2.4)中,再加硫酸(3.2.4)至 500 mL。

3.2.16 重铬酸钾标准溶液:

a) 重铬酸钾标准溶液(I): $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.002\ 087\ \text{mol/L}$

称取 0.614 1 g 预先经 150 °C 干燥 1 h 的基准重铬酸钾( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ),溶解于水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 相当于 1.000 0 mg 三氧化二铁;

b) 重铬酸钾标准溶液(II): $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.001\ 044\ \text{mol/L}$

称取 0.307 1 g 预先经 150 °C 干燥 1 h 的基准重铬酸钾( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ),溶解于水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 相当于 0.500 0 mg 三氧化二铁。

3.2.17 甲基红乙醇溶液(1 g/L)。

3.2.18 二苯胺磺酸钠溶液(5 g/L):称取 0.5 g 二苯胺磺酸钠溶解于 100 mL 水中,加 1 滴~2 滴硫酸(3.2.4),贮于棕色瓶中,若颜色变绿则不能使用。

### 3.3 试样

3.3.1 试样粒径应小于 74  $\mu\text{m}$ 。

3.3.2 试样应在 105 °C 预干燥 2 h~4 h,置于干燥器中,冷却至室温。

3.3.3 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。

### 3.4 分析步骤

#### 3.4.1 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。

#### 3.4.2 试料量

根据总铁( $\text{TFe}_2\text{O}_3$ )含量范围按表 1 称取试料量和选取滴定溶液。

表 1 试料量及选取滴定溶液

含量范围/ %	试料量/ g	选取滴定溶液/ (mol/L)
<5	0.2	0.001 04[3.2.16b)]
5~10	0.1	0.001 04[3.2.16b)]
>10	0.1	0.002 087[3.2.16a)]

#### 3.4.3 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。

#### 3.4.4 验证试验

随同试料分析同类型的标准物质。

#### 3.4.5 测定

##### 3.4.5.1 测定溶液的制备

3.4.5.1.1 按(3.4.2)分取相当量的分离二氧化硅后的滤液 A[GB/T 14506.3 中(3.5.5.4)或

(4.5.5.4)分离二氧化硅后的滤液,下同],置于 250 mL 烧杯中,加水至 100 mL,加热煮沸,取下,加 2 滴甲基红指示剂(3.2.17),滴加氨水(3.2.10)至溶液变为黄色并过量数滴,再加热煮沸,取下,趁热经中速定量滤纸过滤,用热氯化铵溶液(3.2.11)洗涤烧杯和沉淀 4 次~5 次,用热盐酸(3.2.7)溶解沉淀于原烧杯中,再用热盐酸(3.2.8)和热水交替洗至滤纸无黄色,确保全部铁溶解完全。将溶液低温加热蒸发至约 10 mL。

3.4.5.1.2 按(3.4.2)称取试料,置于刚玉坩埚中,加入 3 g 过氧化钠(3.2.1),搅拌均匀,再覆盖 1 g 过氧化钠(3.2.1),置于 650 °C~700 °C 高温炉中,并在此温度下保持数分钟使试料全熔,取出冷却,将坩埚放入 250 mL 烧杯中,加 15 mL 水浸取,加入 15 mL 盐酸(3.2.5),洗出坩埚。

### 3.4.5.2 铁的还原与滴定

#### 3.4.5.2.1 一般硅酸盐岩石试料的测定

将 3.4.5.1.1 制备的溶液(或 3.4.5.1.2 制备的溶液)加热至沸,滴加氯化亚锡溶液(3.2.12)至三价铁离子的黄色消失,再过量 2 滴,置于冷水中冷却至室温,加 10 mL 氯化汞溶液(3.2.13),搅拌,放置 3 min~5 min,加水至约 150 mL,加入 15 mL 硫-磷混合酸(3.2.14),加 2 滴二苯胺磺酸钠指示剂(3.2.18),用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至紫色为终点。

注:三氧化二铁含量>10%,用重铬酸钾标准滴定溶液(I)[3.2.16a)];三氧化二铁含量<10%,用重铬酸钾标准滴定溶液(II)[3.2.16b)]。

#### 3.4.5.2.2 含钛量高的试料的测定

向 3.4.5.1.1 制备的溶液(或 3.4.5.1.2 制备的溶液)中加入 0.5 g 氟化铵(3.2.2),加热煮沸,滴加氯化亚锡溶液(3.2.12)至三价铁离子的黄色消失再过量 2 滴,置于冷水中冷却,加 10 mL 饱和硼酸溶液(3.2.9),搅拌均匀,加 10 mL 氯化汞溶液(3.2.13),放置 3 min~5 min,加水至约 150 mL,加入 15 mL 硫-磷混合酸(3.2.14),以下按(3.4.5.2.1)分析步骤,加 2 滴二苯胺磺酸钠指示剂,进行滴定。

### 3.4.6 空白值的测定

3.4.6.1 按试料操作制成待测溶液(不含试料),加 2 滴氯化亚锡溶液(3.2.12),置于冷水中冷却,加 10 mL 氯化汞溶液(3.2.13),搅拌均匀。放置 5 min 后,准确加入 5.00 mL 硫酸亚铁铵溶液(3.2.15),加水至 150 mL,加入 15 mL 硫-磷混合酸(3.2.14),加入 2 滴二苯胺磺酸钠指示剂(3.2.18),用重铬酸钾标准滴定溶液[3.2.16a)]或[3.2.16b)]滴定至紫色为终点。记下读数( $V_1$ )。

3.4.6.2 准确加入 5.00 mL 硫酸亚铁铵溶液(3.2.15),用重铬酸钾标准滴定溶液[3.2.16a)]或[3.2.16b)]滴定至紫色,记下读数( $V_2$ )。再如此重复一次,记下读数( $V_3$ )。

3.4.6.3 按式(1)计算空白消耗重铬酸钾标准滴定溶液体积( $V_0$ )。

$$V_0 = V_1 - \frac{V_2 + V_3}{2} \quad \dots\dots\dots (1)$$

### 3.5 结果计算

计算结果以质量分数  $w(\text{TFe}_2\text{O}_3)$  计,数值以%表示,从滤液 A 分取试料溶液,按式(2)计算  $\text{TFe}_2\text{O}_3$  量。

$$w(\text{TFe}_2\text{O}_3) = \frac{(V_1 - V_0)TV \times 10^{-3}}{mV_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$V_1$ ——滴定试料溶液消耗重铬酸钾标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——滴定试料空白溶液消耗重铬酸钾标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

$V$ ——试料溶液总体积,单位为毫升(mL);

$T$ ——重铬酸钾标准滴定溶液对三氧化二铁的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/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)。

单独称样的计算结果以质量分数  $w(\text{TFe}_2\text{O}_3)$  计,数值以%表示,按式(3)计算  $\text{TFe}_2\text{O}_3$  量。

$$w(\text{TFe}_2\text{O}_3) = \frac{(V_1 - V_0)T \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$V_1$ ——滴定试料溶液消耗重铬酸钾标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——滴定试料空白溶液消耗重铬酸钾标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

$T$ ——重铬酸钾基准滴定溶液对三氧化二铁的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$m$ ——试料量,单位为克(g)。

分析结果保留至小数点后第二位。

### 3.6 精密度

重铬酸钾容量法测定硅酸盐岩石中总铁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 $R$
$\text{TFe}_2\text{O}_3$	2.19~24.90	$r=0.196m^{0.24}$	$R=0.241m^{0.24}$
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 磺基水杨酸光度法



### 4.1 原理

在 pH8~pH11 的氨性溶液中,铁(Ⅲ)与磺基水杨酸生成稳定的黄色络合物,在分光光度计上,波长 425 nm 处测量吸光度,计算总铁量(以  $\text{TFe}_2\text{O}_3$  计)。

### 4.2 试剂

4.2.1 盐酸( $\rho 1.19 \text{ g/mL}$ )。

4.2.2 氨水(1+1)。

4.2.3 磺基水杨酸溶液(200 g/L)。

4.2.4 盐酸羟胺溶液(50 g/L)。

4.2.5 三氧化二铁标准溶液的配制:

a) 三氧化二铁标准储备溶液(1.000 mg/mL):

称取 0.699 4 g 高纯铁丝,置于 250 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(4.2.1),低温加热溶解,冷却至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;

b) 三氧化二铁标准工作溶液(100.0  $\mu\text{g/mL}$ ):

分取 10.0 mL 三氧化二铁标准溶液[4.2.5a)],置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

### 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  $\mu\text{m}$ 。

4.4.2 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。

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

根据总铁(TFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)含量范围按表 3 称取试料量和分取试料溶液。

表 3 试料量与分取试料溶液

含量范围/%	试料量/ g	分取试料溶液/ mL	分取滤液 A/ mL
<1	0.2		25.00
1~5	0.1	25.00	10.00
>5~10	0.1	10.00	5.00
>10	0.1	5.00	5.00

注：滤液 A 为 GB/T 14506.3 中(3.5.5.4)或(4.5.5.4)分离二氧化硅后的滤液。

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 测定溶液的制备

按(4.5.2)分取滤液 A,置于 100 mL 容量瓶中,加水至约 50 mL,以下按(4.5.5.3)分析步骤进行。

4.5.5.2 校准溶液系列的配制

取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 三氧化二铁标准溶液[4.2.5b)],置于一系列 100 mL 容量瓶中,加水至约 50 mL,以下按(4.5.5.3)分析步骤进行。

4.5.5.3 显色与测量

于 4.5.5.1 和 4.5.5.2 的 100 mL 容量瓶中,分别加入 10 mL 磺基水杨酸溶液(4.2.3),摇匀,再加 5 mL 盐酸羟胺溶液(4.2.4),用氨水(4.2.2)中和至黄色并过量 4 mL,用水稀释至刻度,摇匀。在分光光度计上,以试剂空白为参比,波长 425 nm 处测量其吸光度,同时测定空白试验和验证试验溶液的吸光度。

4.5.5.4 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三氧化二铁量。

4.6 结果计算

计算结果以质量分数  $w(\text{TFe}_2\text{O}_3)$  计,数值以 % 表示,按式(4)计算 TFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 量。

$$w(\text{TFe}_2\text{O}_3) = \frac{(m_1 - m_0)V \times 10^{-6}}{mV_1} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- $m_1$ ——从校准曲线上查得试料溶液的三氧化二铁量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );
- $m_0$ ——从校准曲线上查得试料空白溶液的三氧化二铁量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );
- $V$ ——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)。

分析结果表示至小数点后第二位。

4.7 精密度

磺基水杨酸光度法测定硅酸盐岩石中总铁量结果的精密度见表 4。

表 4 精密度 %

成分	水平范围 $m$	重复性限 $r$	再现性限 $R$
TFe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2.15~24.74	$r=0.049+0.017\ 0m$	$R=0.040m^{0.90}$
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。			

5 邻二氮杂菲光度法

5.1 原理

铁(Ⅲ)离子以盐酸羟胺还原为铁(Ⅱ),在 pH2~pH9 与邻二氮杂菲生成红色络合物,在分光光度计上,波长 510 nm 处测量其吸光度,计算总铁量(以 TFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 计)。

5.2 试剂

- 5.2.1 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。
- 5.2.2 盐酸(1+9)。
- 5.2.3 乙醇(1+1)。
- 5.2.4 乙醇(6+4)。
- 5.2.5 氨水(1+1)。
- 5.2.6 盐酸羟胺溶液(50 g/L)。
- 5.2.7 酒石酸溶液(50 g/L)。
- 5.2.8 邻二氮杂菲溶液(5 g/L):称取 0.5 g 邻二氮杂菲溶解于 100 mL 乙醇(5.2.3)中。
- 5.2.9 乙酸钠溶液(250 g/L)。
- 5.2.10 三氧化二铁标准溶液的配制:
  - a) 三氧化二铁标准储备溶液(1.000 mg/mL):  
称取 0.699 4 g 高纯铁丝,置于 250 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(5.2.1),低温加热溶解,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;
  - b) 三氧化二铁标准工作溶液(100.0  $\mu$ g/mL):  
分取 10.0 mL 三氧化二铁标准溶液[5.2.10a)],置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;
  - c) 三氧化二铁标准工作溶液(20.0  $\mu$ g/mL):  
分取 20.0 mL 三氧化二铁标准溶液[5.2.10b)],置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。
- 5.2.11 酚酞乙醇溶液(1 g/L):称取 0.1 g 酚酞溶解于 100 mL 乙醇(5.2.4)中。

5.3 仪器

- 5.3.1 分光光度计。
- 5.3.2 天平:三级,感量 0.1 mg。

5.4 试样

- 5.4.1 试样粒径应小于 74  $\mu$ m。
- 5.4.2 试样应在 105  $^{\circ}$ C 预干燥 2 h~4 h,置于干燥器中,冷却至室温。
- 5.4.3 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。

5.5 分析步骤

5.5.1 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。

5.5.2 试料量

根据总铁(TFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)含量范围按表 5 称取试料量和分取试料溶液。

表 5 试料量与分取试料溶液

含量范围/ %	试料量/ g	分取试料溶液/ mL	分取滤液 A/ mL
<1	0.2		25.00
1~5	0.1	10.00	10.00
>5	0.1	5.00	5.00
注：滤液 A 为 GB/T 14506.3 中(3.5.5.4)或(4.5.5.4)分离二氧化硅后的滤液。			

5.5.3 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。

5.5.4 验证试验

随同试料分析同类型矿种的标准物质。

5.5.5 测定

5.5.5.1 试液的分取

按(5.5.2)分取分离二氧化硅后的滤液 A,置于 100 mL 容量瓶中。

5.5.5.2 校准溶液系列的配制

取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 三氧化二铁标准溶液[5.2.10c)],取 0 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL、7.00 mL、8.00 mL、9.00 mL、10.00 mL 三氧化二铁标准溶液[5.2.10b)],置于一系列 100 mL 容量瓶中,加水至约 50 mL。以下按(5.5.5.3)分析步骤进行。

5.5.5.3 显色与测量

于 5.5.5.1 和 5.5.5.2 的 100 mL 容量瓶中,分别加入 5 mL 盐酸羟胺溶液(5.2.6),摇匀,放置片刻,加 2 mL 酒石酸溶液(5.2.7),加 5 mL 邻二氮杂菲溶液(5.2.8)和 20 mL 乙酸钠溶液(5.2.9),用水稀释至刻度,摇匀。在分光光度计上,以试剂空白为参比,波长 510 nm 处测量吸光度。

注：分取溶液含浓盐酸超过 2 mL 时,加盐酸羟胺和酒石酸溶液后,以酚酞为指示剂,用氨水和盐酸反复调至溶液无色,再按(5.5.5.3)分析步骤进行。

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三氧化二铁量。

5.6 结果计算

计算结果以质量分数  $w(\text{TFe}_2\text{O}_3)$  计,数值以 % 表示,按式(5)计算  $\text{TFe}_2\text{O}_3$  量。

$$w(\text{TFe}_2\text{O}_3) = \frac{(m_1 - m_0)V \times 10^{-6}}{mV_1} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中：

- $m_1$ ——从校准曲线上查得试料溶液的三氧化二铁量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );
- $m_0$ ——从校准曲线上查得试料空白溶液的三氧化二铁量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );
- $V$ ——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。

5.7 精密度

邻二氮杂菲光度法测定硅酸盐岩石中总铁量结果的精密度见表 6。

表 6 精密度 %

成分	水平范围 $m$	重复性限 $r$	再现性限 $R$
$\text{TFe}_2\text{O}_3$	2.14~24.75	$r=0.038+0.015\ 4m$	$R=0.015+0.031\ 1m$
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。			



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
- 







中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准

硅酸盐岩石化学分析方法

第 5 部分：总铁量测定

GB/T 14506.5—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 1 字数 19 千字  
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

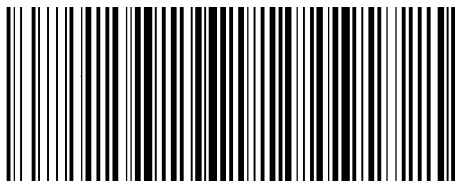
\*

书号：155066·1-40949

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 14506.5—2010