



中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.34—2019

硅酸盐岩石化学分析方法 第 34 部分：烧失量的测定 重量法

Methods for chemical analysis of silicate rocks—
Part 34: Determination of loss on ignition—Gravimetric method

2019-10-18 发布

2020-05-01 实施

国家市场监督管理总局
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 34 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：锌量的测定；
- 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：钽量测定；
- 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；
- 第 31 部分：二氧化硅等 12 个成分量测定 偏硼酸锂熔融-电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 32 部分：三氧化二铝等 20 个成分量测定 混酸分解-电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 33 部分：砷、锑、铋、汞量测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 34 部分：烧失量的测定 重量法。

本部分为 GB/T 14506 的第 34 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由中华人民共和国自然资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会(SAC/TC 93)归口。

本部分起草单位:国家地质实验测试中心。

本部分主要起草人:安子怡、王苏明、王亚平、许春雪、孙德忠、陈宗定。

硅酸盐岩石化学分析方法

第 34 部分:烧失量的测定 重量法

1 范围

GB/T 14506 的本部分规定了重量法测定硅酸盐岩石中烧失量。

本部分适用于硅酸盐岩石中烧失量的重量法测定,也适用于土壤、沉积物样品中烧失量的测定。

本方法可测定大于 0.1% 的烧失量。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 2 部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6379.4 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 4 部分:确定标准测量方法正确度的基本方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法 总则及一般规定

3 原理

硅酸盐岩石样品灼烧过程中氟、氯、硫、二氧化碳等组分因挥发而失重,而有的组分如亚铁可能氧化而增重。其烧失量是灼烧前后质量变化的代数和。

4 仪器设备

4.1 分析天平:感量 0.1 mg。

4.2 马弗炉:最高使用温度不低于 1 100 °C,且能自动控温。

4.3 瓷坩埚或铂金坩埚:容量 10 mL~25 mL。

4.4 试验所用仪器设备经过检定或校准合格,并在有效期内。

5 样品



5.1 按照 GB/T 14505 的相关规定,加工样品的粒径应小于 74 μm。

5.2 试样应在 105 °C 预干燥 2 h,置于干燥器中,冷却至室温。

6 试验步骤

6.1 将空坩埚(4.3)放入马弗炉(4.2)中央,升温至 1 000 °C ± 25 °C 后,灼烧 2 h,取出坩埚。稍冷后,置于干燥器中冷却 30 min,称量。再重复灼烧 30 min,再称量,直至恒重。

注：GB/T 14505 定义：重复进行至最后两次称量之差不大于 0.3 mg 为恒重。

6.2 称取 1 g 样品(精确至 0.1 mg)于已灼烧恒重的空坩埚内,置于马弗炉(4.2)中央,从低温逐渐升温至 1 000 ℃±25 ℃后灼烧 2 h,取出,稍冷,移入干燥器中,放置 30 min 至室温,称量。重复灼烧 30 min,再称量,直至恒重。

6.3 灼烧后的样品吸水性很强,称量应迅速。

7 结果计算

样品的烧失量以质量分数 $w_{(LOD)}$ 计,数值以百分数(%)表示时,按式(1)计算:

$$w_{(LOD)} = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——灼烧前样品和坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——灼烧后样品和坩埚质量的数值,单位为克(g);

m ——称取样品质量的数值,单位为克(g)。

所得结果按 GB/T 14505 表示为: $\times \times . \times \times \%$ 、 $\times . \times \times \%$ 、 $0. \times \times \%$,并按照 GB/T 8170 的规定修约至小数点后两位。

8 精密度

8.1 按 GB/T 6379.2 规定的方法,得到重量法测定硅酸盐岩石烧失量的重复性和再现性(即方法精密度)数据统计结果见表 1 和参见附录 A 相关部分。

8.2 在重复性条件下获得的两次独立测试结果,在表 1 给出的水平范围内,其绝对差值超过重复性限(r)的情况不超过 5%,不同水平的重复性限(r)按表 1 所列的方程计算。

8.3 在再现性条件下获得的两次独立的测试结果,在表 1 给出的水平范围内,其绝对差值超过再现性限(R)的情况不超过 5%,再现性限(R)按表 1 所列的方程计算。

表 1 方法精密度 %

参数	水平范围 m^a	重复性限 r	再现性限 R
烧失量	0.12~9.50	$r = 0.020\ 9 + 0.004\ 7\ m$	$R = 0.021\ 0 + 0.025\ 2\ m$
注:精密度数据是依据 GB/T 6379.2,由 9 家实验室对 6 个含量水平样品,分别在重复性条件下测定 4 次,对数据统计剔除离群值后计算得到。			
^a 测定结果的平均值。			

9 正确度

按 GB/T 6379.4 规定的方法,得到重量法测定硅酸盐岩石烧失量的方法正确度数据参见附录 A 相关部分。

10 质量保证和控制

10.1 每批样品分析,应同时进行 2 个空白试验、20%~30%的平行试验分析(当样品数量不超过 5 个

时,应进行 100% 的平行试验分析)和 1 个~2 个同岩性标准物质验证试验。

10.2 重复性条件下,两次测定结果的绝对差应小于表 1 给出的重复性限(r);再现性条件下,不同实验室测定结果的绝对差应小于表 1 给出的再现性限(R)。否则应查找原因,纠正错误后,重新进行试验分析。

11 特殊情况

当样品中氧化亚铁(FeO)含量大于 3% 时,若参与硅酸盐岩石中主次量成分的百分数总和的计算,有可能因为增量使结果超出检测质量范围要求。



附 录 A
(资料性附录)

实验室间试验结果数据的统计处理

通过准确度协作试验得到的方法与结果的准确度(正确度和精密度)统计参数结果见表 A.1。

表 A.1 方法重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果

统计参数	水平					
	GBW07105	GBW07109	GBW07111	GBW07112	GBW07113	GBW07475
参加实验室数(p)	9	9	9	9	9	9
可接受结果的实验室数(P)	9	9	9	9	9	9
总平均值(\bar{y})/%	2.552	2.761	0.941	0.125	1.583	9.496
标准值(μ)/%	2.24	—	—	—	—	9.60
重复性标准差(S_r)/%	0.035	0.036	0.030	0.014	0.034	0.051
重复性变异系数/%	0.014	0.013	0.032	0.115	0.021	0.005
重复性限(r)/%	0.100	0.101	0.086	0.041	0.096	0.145
再现性标准差(S_R)/%	0.113	0.077	0.068	0.019	0.044	0.201
再现性变异系数/%	0.044	0.028	0.073	0.154	0.028	0.021
再现性限(R)/%	0.320	0.219	0.193	0.054	0.124	0.570
测量方法偏倚(δ)/%	0.312	—	—	—	—	—0.104
$(\delta - AS_R^a)$ /%	0.237	—	—	—	—	—0.236
$(\delta + AS_R^a)$ /%	0.387	—	—	—	—	0.029
相对误差(RE)/%	0.139	—	—	—	—	—0.011
^a AS_R 为测量方法偏倚的 95%置信区间。						



参 考 文 献

- [1] 岩石矿物分析编委会. 岩石矿物分析:第二分册[M].第四版.北京:地质出版社,2011.1.
-