



中华人民共和国国家标准

GB/T 3286.2—2012
代替 GB/T 3286.2—1998

石灰石及白云石化学分析方法 第2部分：二氧化硅含量的测定 硅钼蓝分光光度法和高氯酸脱水重量法

Methods for chemical analysis of limestone and dolomite—
Part 2: The determination of silicon dioxide content—
The silicomolybdic blue spectrophotometric method and
the perchloric acid dehydration gravimetric method

2012-11-05 发布

2013-05-01 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 3286《石灰石及白云石化学分析方法》分为九个部分：

- 第1部分：氧化钙和氧化镁含量的测定 络合滴定法和火焰原子吸收光谱法；
- 第2部分：二氧化硅含量的测定 硅钼蓝分光光度法和高氯酸脱水重量法；
- 第3部分：氧化铝含量的测定 铬天青S分光光度法和络合滴定法；
- 第4部分：氧化铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第5部分：氧化锰量的测定；
- 第6部分：磷量的测定；
- 第7部分：硫量的测定；
- 第8部分：灼烧减量的测定；
- 第9部分：二氧化碳量的测定。

本部分为GB/T 3286的第2部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分代替GB/T 3286.2—1998《石灰石、白云石化学分析方法 二氧化硅量的测定》。

本部分与GB/T 3286.2—1998相比较，主要进行了如下修改：

- 将标准名称改为《石灰石及白云石化学分析方法 第2部分：二氧化硅含量的测定 硅钼蓝分光光度法和高氯酸脱水重量法》；
- 规范性引用文件取消了引用标准年号，并增加了部分引用标准；
- 进行了实验室间精密度共同试验，用统计得到的重复性限 r 和再现性限 R 代替了“允许差”；
- 更改了部分文字表达方式；
- 增加了试料酸溶不完全、残渣回收的备注说明；
- 对高氯酸试剂用量及冒烟、沉淀干燥、灰化等技术条件进行了修改。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国钢标准化技术委员会(SAC/TC 183)归口。

本部分起草单位：武汉钢铁(集团)公司、武汉科技大学、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：闻向东、徐建平、周郑、张穗忠、邵梅、陈士华、曹宏燕、余卫华、仇金辉、高建平。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3286.2—1998；
- GB/T 3286.3—1982；
- GB/T 3286.4—1988。



石灰石及白云石化学分析方法

第2部分:二氧化硅含量的测定

硅钼蓝分光光度法和高氯酸脱水重量法

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

1 范围

GB/T 3286 的本部分规定了用硅钼蓝分光光度法和高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量。

本部分适用于石灰石、白云石中二氧化硅含量的测定,也适用于冶金石灰中二氧化硅含量的测定。硅钼蓝分光光度法,测定范围(质量分数):二氧化硅含量 0.05%~4.0%;高氯酸脱水重量法,测定范围(质量分数):二氧化硅含量大于 2.0%。

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 2007.2 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

GB/T 3286.1 石灰石及白云石化学分析方法 第1部分:氧化钙和氧化镁含量的测定 络合滴定法和火焰原子吸收光谱法

GB/T 3286.3 石灰石及白云石化学分析方法 第3部分:氧化铝含量的测定 铬天青 S 分光光度法和络合滴定法

GB/T 3286.4 石灰石及白云石化学分析方法 第4部分:氧化铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法和火焰原子吸收光谱法

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 硅钼蓝分光光度法

3.1 原理

试料用碳酸钠-硼酸混合熔剂熔融,稀盐酸浸取。分取部分试液,在约 0.15 mol/L 的盐酸介质中,钼酸铵与硅酸形成硅钼杂多酸,加入草酸-硫酸混合酸,消除磷、砷干扰,用硫酸亚铁铵将其还原为硅钼蓝,于分光光度计波长 680 nm(或 810 nm)处测量吸光度。

3.2 试剂

分析中除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级以上蒸馏水或纯度

相当的水。

3.2.1 混合熔剂:取两份无水碳酸钠与一份硼酸研磨,混匀。

3.2.2 盐酸(1+5)。

3.2.3 盐酸(1+14)。

3.2.4 钼酸铵溶液(60 g/L),储于塑料瓶中,必要时过滤后使用。

3.2.5 草酸-硫酸混合酸:称取 35 g 草酸($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),溶于 1 000 mL 硫酸(1+8)中。

3.2.6 硫酸亚铁铵溶液(60 g/L):称取 6 g 硫酸亚铁铵 $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶于加有 3 滴~5 滴硫酸($\rho=1.84 \text{ g/mL}$)的水中,用水稀释至 100 mL。用时配制。

3.2.7 无水乙醇。

3.2.8 二氧化硅标准溶液

3.2.8.1 称取 0.250 0 g 高纯二氧化硅(不低于 99.99%,称量前预先于 950 °C~1 000 °C 灼烧 30 min 并冷却至室温)于铂坩埚中,加 3 g 混合熔剂(3.2.1),混匀,再覆盖 1 g 混合熔剂(3.2.1)。盖上铂盖(留一缝隙),将铂坩埚置于 950 °C 高温炉中熔融 10 min,取出,冷却至室温。将铂坩埚和铂盖置于盛有 100 mL 热水的聚四氟乙烯烧杯中,低温加热浸取熔块至溶液清亮。用热水洗出铂坩埚及铂盖,冷却至室温。将溶液移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,立即转移至塑料瓶中贮存。此溶液 1.00 mL 含 500.0 μg 二氧化硅。

3.2.8.2 移取 50.00 mL 二氧化硅标准溶液(3.2.8.1)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,立即转移至塑料瓶中,此溶液 1.00 mL 含 50.0 μg 二氧化硅。

3.2.8.3 移取 20.00 mL 二氧化硅标准溶液(3.2.8.1)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,立即转移至塑料瓶中。此溶液 1.00 mL 含 20.0 μg 二氧化硅。

3.3 仪器

使用通常的实验室仪器、设备。

3.4 制样

3.4.1 按 GB/T 2007.2 制备试样。

3.4.2 试样应加工至粒度小于 0.125 mm。

3.4.3 石灰石、白云石试样分析前在 105 °C~110 °C 干燥 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

3.4.4 冶金石灰试样的制备应迅速进行,制成后试样立即置于磨口瓶或塑料袋中密封,于干燥器中保存,分析前试样不进行干燥。

3.5 分析步骤

3.5.1 测定次数

对同一试样(3.4.3 或 3.4.4),至少独立测定 2 次。

3.5.2 试料量

称取 0.50 g 试样,精确至 0.000 1 g。对冶金石灰试样,应快速称取试样。

3.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

3.5.4 试料分解和储备液制备

3.5.4.1 将试料(3.5.2)置于预先盛有 3.0 g 混合熔剂(3.2.1)的铂坩埚中,混匀,再覆盖 1.0g 混合熔

剂(3.2.1)。将铂坩埚置于炉温低于 300 ℃ 的高温炉中,盖上铂盖(留一缝隙)。将炉温逐渐升至 950 ℃~1 000 ℃ 熔融 10 min,取出,转动铂坩埚,冷却。

3.5.4.2 用水冲洗铂坩埚外壁,将铂坩埚及铂盖置于 300 mL 烧杯中,加 75 mL 盐酸(3.2.2),低温加热浸出熔块,用水洗出铂坩埚及铂盖。低温加热至试液清亮,冷却至室温。将溶液移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

注:此溶液可作为测定二氧化硅、氧化钙、氧化镁、氧化铝和氧化铁量的储备液,可分别用于 GB/T 3286.1 络合滴定法测定氧化钙量和氧化镁量、GB/T 3286.2 钼蓝分光光度法测定二氧化硅量、GB/T 3286.3 铬天青 S 分光光度法测定氧化铝量、GB/T 3286.4 邻二氮杂菲分光光度法测定氧化铁量。如同时测定试样中这些化学成分的含量,可只制备一份该试样的储备液,分取后按各分析方法测定。

3.5.5 测定

3.5.5.1 根据试样二氧化硅含量,按表 1 分取储备液(3.5.4.2)于 100 mL 容量瓶中,加 8 mL 无水乙醇(3.2.7),按表 1 加相应量盐酸(3.2.3),立即用水稀释至 50 mL,混匀。

表 1 试液分取量和盐酸加入量

二氧化硅含量 %	分取体积 mL	加盐酸(3.2.3)体积 mL
0.05~0.25	20.00	0
>0.25~1.00	10.00	5.0
>1.00~4.0	5.00	8.0

3.5.5.2 加 5 mL 钼酸铵溶液(3.2.4),混匀,于室温放置 20 min,室温低于 15 ℃ 时,于约 30 ℃ 的温水中放置 15 min~20 min。

3.5.5.3 加 20 mL 草酸-硫酸混合酸(3.2.5),混匀,放置 1 min~2 min,立即加入 5 mL 硫酸亚铁铵溶液(3.2.6),用水稀释至刻度,混匀。

3.5.5.4 将部分显色液移入适当的吸收皿中,以相应的空白试验溶液为参比,于分光光度计波长 680 nm 处测量吸光度,从标准曲线上查得相应的二氧化硅量。

注:对低含量二氧化硅的显色溶液,可在波长 810 nm 处测量吸光度。

3.5.6 标准曲线的绘制

移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 二氧化硅标准溶液(3.2.8.3)或移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 二氧化硅标准溶液(3.2.8.2)置于一组预先盛有 10 mL 盐酸(3.2.3)的 100 mL 容量瓶中,加 8 mL 无水乙醇(3.2.7),用水稀释至 50 mL,混匀。以下按 3.5.5.2~3.5.5.4 操作,以试剂空白为参比,测量吸光度。以二氧化硅量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

3.6 分析结果计算及其表示

3.6.1 分析结果的计算

按式(1)计算二氧化硅的质量分数:

$$w(\text{SiO}_2) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m \times \frac{V_1}{V}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- $w(\text{SiO}_2)$ ——二氧化硅的质量分数；
- V ——储备液体积,单位为毫升(mL)；
- V_1 ——分取储备液体积,单位为毫升(mL)；
- m_1 ——从标准曲线上查得的二氧化硅量,单位为微克(μg)；
- m ——试料量,单位为克(g)。

3.6.2 分析结果的确定和表示

同一试样两次独立分析结果差值的绝对值如不大于重复性限 r 值,则取其算术平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果差值的绝对值大于 r 值,则按附录 A 的规定追加测量次数并确定分析结果。

分析结果按 GB/T 8170 修约,当分析结果大于或等于 0.10% 时,将数值修约到 2 位小数,当分析结果小于 0.10% 时,将数值修约到 3 位小数。

3.7 精密度

精密度数据是在 2011 年由 8 个实验室对二氧化硅含量的 5 个不同水平试样进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的二氧化硅含量在重复性条件下独立测定 3 次。共同试验数据按 GB/T 6379.2 进行统计分析,统计结果表明二氧化硅质量分数与其重复性限 r 和再现性限 R 间存在线性函数关系,函数关系式计算结果见表 2。精密度函数关系式见表 B.1。

表 2 二氧化硅的精密度

二氧化硅的质量分数 %	重复性限 r	再现性限 R
0.050	0.014	0.014
0.10	0.02	0.02
0.20	0.02	0.02
0.50	0.03	0.04
1.00	0.05	0.06
2.00	0.08	0.10
3.00	0.12	0.14
4.00	0.15	0.18

二氧化硅质量分数在表 2 给出的数值之间,重复性限 r 、再现性限 R 可采用线性内插法求得。

在重复性条件下,获得的两次独立分析结果差值的绝对值不大于重复性限 r ,出现大于重复性限 r 的概率不大于 5%。

在再现性条件下,获得的两次独立分析结果差值的绝对值不大于再现性限 R ,出现大于再现性限 R 的概率不大于 5%。对冶金石灰试样,不作实验室间再现性限的要求。

精密度共同试验的原始数据见表 B.2。

4 高氯酸脱水重量法

4.1 原理

试料经高温灼烧,盐酸分解,加高氯酸蒸发冒烟使硅酸脱水,过滤,灼烧称量。不纯二氧化硅加氢氟酸、硫酸处理,使硅以四氟化硅形式挥发除去,再次灼烧。由氢氟酸处理前后质量差计算二氧化硅含量。

4.2 试剂

- 4.2.1 盐酸(1+1)。
- 4.2.2 盐酸(5+95)。
- 4.2.3 高氯酸($\rho=1.67\text{ g/mL}$)。
- 4.2.4 硫酸($\rho=1.84\text{ g/mL}$)。
- 4.2.5 氢氟酸($\rho=1.13\text{ g/mL}$)。
- 4.2.6 混合熔剂:取两份无水碳酸钠与一份硼酸研磨,混匀。
- 4.2.7 乙醇($\rho=0.80\text{ g/mL}$)。

4.3 仪器

分析中,仅用通常的实验室仪器、设备。



4.4 制样

- 4.4.1 按 GB/T 2007.2 制备试样。
- 4.4.2 试样应加工至粒度小于 0.125 mm 。
- 4.4.3 石灰石、白云石试样分析前在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 110\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥 2 h ,置于干燥器中冷却至室温。
- 4.4.4 冶金石灰试样的制备应迅速进行,制成后试样立即置于磨口瓶或塑料袋中密封,于干燥器中保存,分析前试样不进行干燥。

4.5 分析步骤

4.5.1 测定次数

对同一试样(4.4.3 或 4.4.4),至少独立测定 2 次。

4.5.2 试料量

称取 1.00 g 试样,精确至 0.000 1 g 。对冶金石灰试样,应快速称取试样。

4.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

4.5.4 测定

4.5.4.1 将试料(4.5.2)均匀置于铂坩埚中。将铂坩埚置于炉温低于 $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中,盖上铂盖,使铂坩埚与铂盖间留一间隙。将炉温逐渐升温至 $1\text{ 000 }^{\circ}\text{C}$,并在此温度下保持 30 min 。取出铂坩埚和铂盖,冷却。

注:也可将测定灼烧减量后的灼烧残留物作为本方法测定的试料,以下按 4.5.4.2~4.5.4.7 操作。

4.5.4.2 用少量水和盐酸(4.2.1)将铂坩埚内灼烧残留物转移至 300 mL 烧杯中,洗净铂坩埚和铂盖。

盖上表面皿,缓缓加入 60 mL 盐酸(4.2.1),将试液加热至沸。稍冷,用水冲洗表面皿和杯壁,低温蒸发试液至约 20 mL,加入 15 mL 高氯酸(4.2.3)。

注:如果用盐酸溶解后的试液中观察到未分解完全的试料时,需将残渣回收。将试液趁热过滤,用水洗净滤纸,保留滤液和洗液。将滤纸和残渣于铂坩埚中,炭化、灰化,于 900 °C 灼烧 30 min,冷却。加 1 g 混合熔剂(4.2.6)于铂坩埚中,混合均匀,将铂坩埚置于 950 °C~1 000 °C 的高温炉中,盖上铂盖(留一缝隙)。熔融 10 min,取出,转动铂坩埚,冷却。在盛有滤液和洗液的烧杯中用少量盐酸(4.2.1)浸出熔块。继续加热至体积约 20 mL,加入 15 mL 乙醇(4.2.7)(也可用甲醇代替乙醇),低温蒸发至干,加入 20 mL 盐酸(1+1),加热溶解盐类,加入 20 mL 高氯酸(4.2.3),以下按 4.5.4.3 步骤操作。

4.5.4.3 盖上表面皿(留一间隙),加热至冒高氯酸白烟,并保持冒烟回流 10 min~15 min,冷却。

4.5.4.4 加 5 mL 盐酸(4.2.1),100 mL 热水,用少量热水冲洗表面皿和杯壁,搅拌使盐类溶解。用中速定量滤纸加适量纸浆过滤,用带橡皮头的玻璃棒和小片滤纸擦净杯壁上的沉淀,合并到滤纸上。用热盐酸(4.2.2)洗涤烧杯和沉淀 6 次,再用热水洗涤沉淀 10 次以上,至不再呈酸性。

4.5.4.5 将滤液及洗液低温蒸发至约 20 mL,加 5 mL 高氯酸(4.2.3),以下按 4.5.4.3~4.5.4.4 重复操作。

注:如果是经过碱熔残渣回收过程后的滤液及洗液,需加入 10 mL 高氯酸(4.2.3)。

4.5.4.6 将两次所得沉淀及滤纸置于铂坩埚中,在低温电热板上加热干燥、炭化,置于高温炉中从低温逐渐升温过程中慢慢灰化后,将铂坩埚置于 1 000 °C 高温炉中灼烧 30 min。取出,稍冷,将铂坩埚置于干燥器中冷却至室温,称量,并重复灼烧至恒量。

4.5.4.7 沿铂坩埚内壁用少量水湿润不纯的二氧化硅,加三滴硫酸(4.2.4),5 mL 氢氟酸(4.2.5),加热蒸发至冒尽白烟。将铂坩埚置于 1 000 °C 高温炉中灼烧 20 min。取出,稍冷,将铂坩埚置于干燥器中冷却至室温,称量,并重复灼烧至恒量。

4.6 分析结果计算及其表示

4.6.1 分析结果的计算

按式(2)计算二氧化硅的质量分数:

$$w(\text{SiO}_2) = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$w(\text{SiO}_2)$ ——二氧化硅的质量分数;

m_1 ——氢氟酸处理前沉淀与铂坩埚的质量,单位为克(g);

m_2 ——氢氟酸处理后沉淀与铂坩埚的质量,单位为克(g);

m_3 ——氢氟酸处理前空白试验与铂坩埚的质量,单位为克(g);

m_4 ——氢氟酸处理后空白试验与铂坩埚的质量,单位为克(g);

m ——试料量,单位为克(g)。

4.6.2 分析结果的确定和表示

同一试样两次独立分析结果差值的绝对值如不大于重复性限 r 值,则取其算术平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果差值的绝对值大于 r 值,则按附录 A 的规定追加测量次数并确定分析结果。

分析结果按 GB/T 8170 修约,将数值修约到两位小数。

4.7 精密度

精密度数据是在 2011 年由 8 个实验室对二氧化硅含量的 5 个不同水平试样进行共同试验确定的。

每个实验室对每个水平的二氧化硅含量在重复性条件下独立测定 3 次。共同试验数据按 GB/T 6379.2 进行统计分析,统计结果表明二氧化硅质量分数与重复性限 r 存在对数函数关系,与再现性限 R 间存在线性函数关系,函数关系式计算结果见表 3。精密度函数关系式见表 B.3。

表 3 二氧化硅的精密度

二氧化硅的质量分数 %	重复性限 r	再现性限 R
2.00	0.10	0.11
3.00	0.11	0.13
4.00	0.11	0.16
5.00	0.12	0.18
6.00	0.12	0.21
7.00	0.12	0.23
8.00	0.13	0.26

二氧化硅质量分数在表 3 给出的数值之间,重复性限 r 、再现性限 R 可采用线性内插法求得。

在重复性条件下,获得的两次独立测试结果差值的绝对值不大于重复性限 r ,大于重复性限 r 的情况以不超过 5% 为前提。

在再现性条件下,获得的两次独立测试结果差值的绝对值不大于再现性限 R ,大于再现性限 R 的情况以不超过 5% 为前提。对冶金石灰试样,不作实验室间再现性限的要求。

精密度共同试验的原始数据见表 B.4。

5 试验报告

- 试验报告应包括下列内容：
- a) 识别样品、实验室和分析日期等资料；
 - b) 引用标准；
 - c) 遵守本标准规定的程度；
 - d) 分析结果及其表示；
 - e) 测定中观察到的异常现象；
 - f) 本标准未规定的操作,或任何可能影响结果的操作。

附 录 A
(规范性附录)
试样分析结果接受程序流程图

试样分析结果接受程序流程图如图 A.1 所示。

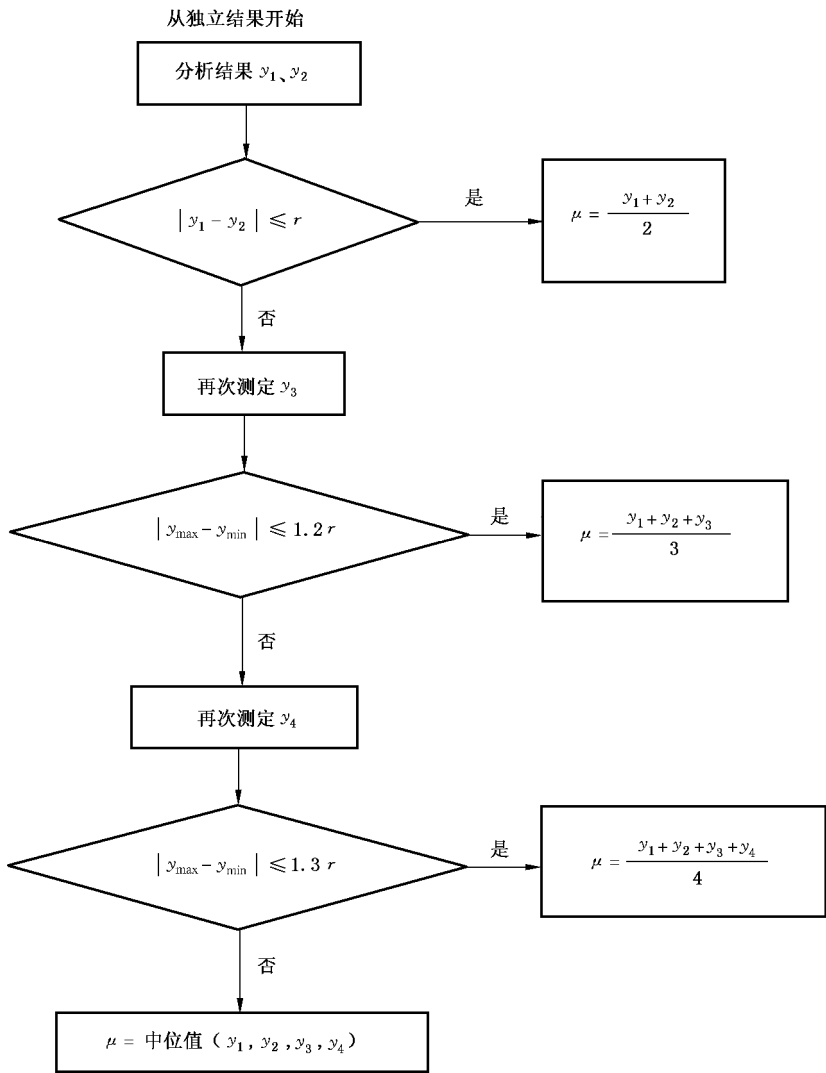


图 A.1 试样分析结果接受程序流程图



附 录 B
(资料性附录)
精密度试验函数关系式及原始数据

B.1 分光光度法测定二氧化硅精密度试验函数关系式及原始数据

精密度数据是在 2011 年由 8 个实验室对二氧化硅含量的 5 个不同水平试样进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的二氧化硅含量在重复性条件下独立测定 3 次。共同试验数据按 GB/T 6379.2 进行统计分析,所确定的精密度函数关系式见表 B.1。

表 B.1 分光光度法测定二氧化硅精密度函数关系式

二氧化硅的质量分数	重复性限 r	再现性限 R
0.05%~4.0%	$r=0.012\ 38+0.034\ 00m$	$R=0.011\ 72+0.041\ 35m$
式中： m 是两个分析结果的平均值(质量分数)。		

测量的原始数据见表 B.2。

表 B.2 分光光度法测定二氧化硅精密度试验原始数据

实验室	二氧化硅含量(质量分数)/%				
	1	2	3	4	5
1	0.073 8	0.381	0.775	2.020	4.122
	0.073 6	0.376	0.764	2.036	4.118
	0.074 0	0.388	0.780	2.034	4.112
2	0.084 6	0.395	0.790	2.097	4.262
	0.074 1	0.414	0.796	1.990	4.147
	0.068 0	0.390	0.804	2.014	4.299
3	0.074 9	0.380	0.775	2.082	4.173
	0.072 7	0.364	0.764	2.037	4.224
	0.085 2	0.396	0.780	1.985	4.095
4	0.074 3	0.388	0.770	2.000	4.225
	0.072 3	0.393	0.785	2.080	4.359
	0.073 5	0.389	0.774	2.020	4.280
5	0.064 9	0.395	0.806	2.084	4.157
	0.083 4	0.421	0.771	2.040	4.223
	0.076 7	0.383	0.794	2.057	4.250

表 B.2 (续)

实验室	二氧化硅含量(质量分数)/%				
	1	2	3	4	5
6	0.071 7	0.392	0.780	2.034	4.275
	0.070 1	0.391	0.782	2.039	4.234
	0.069 7	0.389	0.784	2.027	4.240
7	0.080 0	0.398	0.796	2.051	4.237
	0.077 0	0.395	0.794	2.063	4.243
	0.076 0	0.390	0.786	2.050	4.202
8	0.070 3	0.381	0.783	2.101	4.234
	0.071 5	0.392	0.781	2.042	4.212
	0.070 9	0.403	0.789	1.985	4.255

B.2 高氯酸脱水重量法测定二氧化硅精密度试验函数关系式及原始数据

精密度数据是在 2011 年由 8 个实验室对二氧化硅含量的 5 个不同水平试样进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的二氧化硅含量在重复性条件下独立测定 3 次。共同试验数据按 GB/T 6379.2 进行统计分析,所确定的精密度函数关系式见表 B.3。

表 B.3 高氯酸脱水重量法测定二氧化硅精密度函数关系式

二氧化硅的质量分数	重复性限 r	再现性限 R
$>2.0\%$	$\lg r = -1.044\ 1 + 0.138\ 5\ \lg m$	$R = 0.056\ 17 + 0.024\ 34\ m$
式中: m 是两个分析结果的平均值(质量分数)。		

测量的原始数据见表 B.4。

表 B.4 高氯酸脱水重量法测定二氧化硅精密度试验原始数据

实验室	二氧化硅含量(质量分数)/%				
	1	2	3	4	5
1	2.020	3.160	4.080	6.120	8.100
	2.040	3.180	4.100	6.100	8.120
	2.060	3.140	4.120	6.120	8.100
2	2.000	3.180	4.290	6.100	7.900
	1.990	3.080	4.280	5.970	7.830
	2.080	3.150	4.170	6.050	7.840

表 B.4 (续)

实验室	二氧化硅含量(质量分数)/%				
	1	2	3	4	5
3	2.090	3.150	4.280	6.130	7.892
	1.990	3.190	4.190	6.240	8.025
	2.030	3.100	4.170	6.110	7.971
4	2.040	3.150	4.380	6.130	8.080
	2.080	3.100	4.220	6.090	8.040
	2.120	3.200	4.359	6.160	8.011
5	2.108	3.200	4.275	6.206	8.113
	2.044	3.164	4.286	6.122	8.032
	2.087	3.115	4.335	6.189	8.091
6	2.111	3.167	4.282	6.198	8.071
	2.090	3.158	4.262	6.191	8.101
	2.106	3.148	4.275	6.188	8.121
7	2.050	3.129	4.240	6.140	8.117
	2.050	3.151	4.220	6.150	8.077
	2.029	3.140	4.299	6.120	8.068
8	2.080	3.151	4.236	6.096	7.970
	2.070	3.173	4.280	6.151	8.010
	2.080	3.204	4.301	6.171	8.020