



中华人民共和国国家标准

GB/T 3286.8—2014
代替 GB/T 3286.8—1998

石灰石及白云石化学分析方法 第 8 部分：灼烧减量的测定 重量法

Method for chemical analysis of limestone and dolomite—
Part 8: The determination of loss on ignition—
The gravimetric method

2014-06-09 发布

2015-01-01 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 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：氧化锰含量的测定 高碘酸盐氧化分光光度法；
- 第6部分：磷含量的测定 磷钼蓝分光光度法；
- 第7部分：硫含量的测定 管式炉燃烧-碘酸钾滴定法、高频燃烧红外吸收法和硫酸钡重量法；
- 第8部分：灼烧减量的测定 重量法；
- 第9部分：二氧化碳含量的测定 烧碱石棉吸收重量法。

本部分为GB/T 3286的第8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 3286.8—1998《石灰石、白云石化学分析方法 灼烧减量的测定》。

本部分与GB/T 3286.8—1998相比，主要技术变化如下：

- 将标准名称改为《石灰石及白云石化学分析方法 第8部分：灼烧减量的测定重量法》；
- 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。

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、冶金工业信息标准研究院。

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

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3286.8—1982、GB/T 3286.10—1988、GB/T 3286.8—1998。

石灰石及白云石化学分析方法

第 8 部分:灼烧减量的测定

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 的本部分规定了用重量法测定灼烧减量。

本部分适用于石灰石、白云石中灼烧减量的测定,也适用于冶金石灰中灼烧减量的测定。

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 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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 原理

试样置于铂坩埚内,于高温炉中逐渐升温至 $1\,050\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$,灼烧至恒量,其减少的质量即为灼烧减量。

4 仪器

分析中,仅用通常的实验室仪器、设备。

5 制样

5.1 按 GB/T 2007.2 制备试样。

5.2 试样应加工至粒度小于 0.125 mm 。

5.3 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。

5.4 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。

6 分析步骤

6.1 测定次数

对同一试样(5.3 或 5.4),至少独立测定 2 次。

6.2 试料量

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

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.2)平铺于经 1 050 ℃灼烧并称量的铂坩埚(包括铂盖)中。

6.3.2 将铂坩埚置于炉温低于 300 ℃的高温炉中,盖上铂盖,使铂坩埚与铂盖间留一间隙。将高温炉逐渐升温。当升温至 800 ℃~900 ℃,开启炉门 2~3 次,每次约 1 min。继续升温至 1 050 ℃±50 ℃,并在该温度下灼烧 60 min。

6.3.3 取出铂坩埚,盖上铂盖,稍冷。将铂坩埚和铂盖置于干燥器中,冷却至室温,迅速称量。

注:灼烧物主要成分为氧化钙、氧化镁,易吸收空气中水分和二氧化碳。称量时可先将砝码预置在天平盘上,再将铂坩埚置于天平盘上,盖上铂盖,迅速称量。

6.3.4 将铂坩埚和铂盖再次置于高温炉中,于 1 050 ℃±50 ℃灼烧 15 min。以下按 6.3.3 操作,直至前后 2 次称量差不超过 1.0 mg。如重复灼烧后称得质量增加,则以称量增加之前最后一次称得的质量计算分析结果。

7 分析结果计算及其表示

7.1 分析结果的计算

按式(1)计算灼烧减量的质量分数:

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

式中:

w_{LOI} ——灼烧减量的质量分数,%;

m_1 ——灼烧前试料和铂坩埚及铂盖的质量,单位为克(g);

m_2 ——灼烧后试料和铂坩埚及铂盖的质量,单位为克(g);

m ——试料量,单位为克(g)。

7.2 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。

8 精密度

8.1 石灰石及白云石

精密度数据是在 2012 年由 8 个实验室对石灰石、白云石灼烧减量的 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灼烧减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,统计结果表明灼烧减量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 1。

表 1 石灰石及白云石灼烧减量的精密度

灼烧减量的质量分数/%	重复性限 r	再现性限 R
35	0.37	0.40
40	0.37	0.50
45	0.37	0.60
47	0.37	0.66

8.2 冶金石灰

冶金石灰样品的实验室内精密度用允许差见表 2。冶金石灰不作实验室间允许差要求。

表 2 冶金石灰灼烧减量的允许差

灼烧减量的质量分数/%	实验室内允许差
5.00	0.20
10.00	0.30

8.3 说明

灼烧减量质量分数在表 1 和表 2 给出的数值之间,重复性限 r 、再现性限 R 及实验室内允许差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。

精密度函数关系式见附录 B 表 B.1,精密度共同试验的原始数据见表 B.2。

9 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) 遵守本部分规定的程度;
- d) 分析结果及其表示;
- e) 测定中观察到的异常现象;
- f) 本部分未规定的操作,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

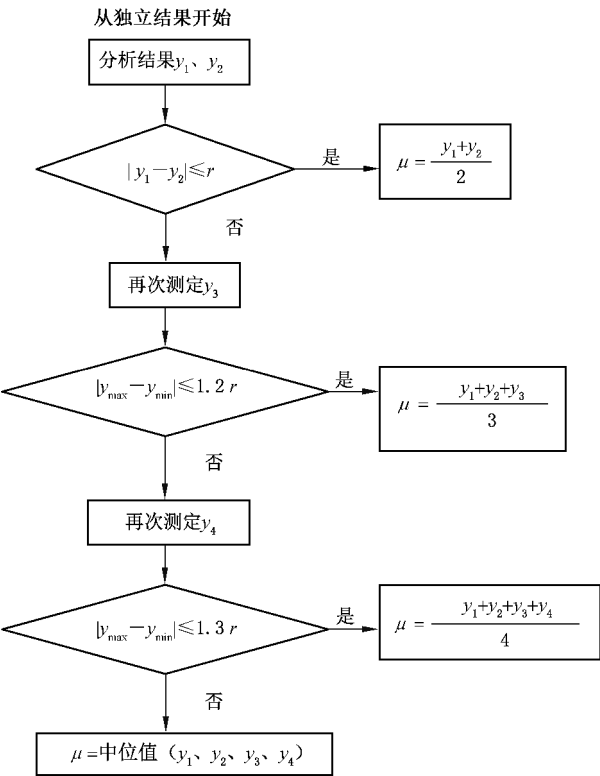


图 A.1



附 录 B
(资料性附录)

精密度试验函数关系式及原始数据

精密度数据是在 2012 年由 8 个实验室对灼烧减量含量的 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灼烧减量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。测量的原始数据如表 B.2 所示。

表 B.1 测定灼烧减量精密度函数关系式

灼烧减量的质量分数/%	重复性限 r	再现性限 R
38.8~46.7	$r = 0.373\ 9 - 0.000\ 234m$	$R = -0.460\ 1 + 0.023\ 74m$
注: m 是两个分析结果的平均值(质量分数)。		

表 B.2 测定灼烧减量精密度试验原始数据

实验室	灼烧减量(质量分数)/%				
	1	2	3	4	5
1	38.50	41.54	43.29	45.05	46.71
	38.81	41.65	43.23	45.20	46.72
	38.75	41.70	43.52	44.99	46.83
2	38.58	41.74	43.60	45.58	46.94
	38.62	41.89	43.79	45.71	47.08
	38.76	41.96	43.50	45.80	46.73
3	38.60	41.64	43.25	45.15	46.54
	38.77	41.86	43.41	45.43	46.67
	38.82	41.83	43.43	45.13	46.72
4	38.74	41.76	43.70	45.08	46.34
	38.91	41.89	43.53	45.13	46.58
	38.89	41.98	43.88	45.32	46.63
5	38.56	41.40	43.29	45.39	46.41
	38.73	41.51	43.27	45.44	46.52
	38.80	41.59	43.52	45.54	46.60
6	38.72	41.65	43.72	45.38	46.85
	38.87	41.78	43.96	45.66	46.97
	38.99	41.90	43.77	45.53	46.99

表 B.2 (续)

实验室	灼烧减量(质量分数)/%				
	1	2	3	4	5
7	38.79	41.55	43.45	45.23	46.41
	38.99	41.77	43.57	45.33	46.43
	38.98	41.88	43.70	45.45	46.60
8	38.50	41.27	43.33	45.22	46.70
	38.60	41.31	43.41	45.30	46.72
	38.76	41.64	43.56	45.55	46.97

