



中华人民共和国国家标准

GB/T 14840—2010
代替 GB/T 14840—1993

石灰岩化学分析方法 游离二氧化硅量测定

Methods for chemical analysis of limestones—
Determination of free silicon dioxide 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

本标准代替 GB/T 14840—1993《石灰岩中游离二氧化硅化学分析方法》。

本标准与 GB/T 14840—1993 相比,主要变化如下:

- 修改了标准的名称;
- 将计算公式中质量分数表示符号由 ω 改为 w ;
- 增加了警示、警告部分。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国国土资源部提出。

本标准由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:国家地质实验测试中心。

本标准起草单位:国家地质实验测试中心、中材地质工程勘察研究院。

本标准主要起草人:韩秀卿、李树敏。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:GB/T 14840—1993。

石灰岩化学分析方法

游离二氧化硅量测定

警示:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并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

本标准规定了石灰岩中游离二氧化硅量(fSiO_2)的测定方法。

本标准适用于石灰岩中游离二氧化硅量的测定,也可用于普通硅酸盐水泥生料中游离二氧化硅量测定。

测定范围:1.00%~10.00%(质量分数)的游离二氧化硅量。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款,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标准,然而,鼓励根据本标准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标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

利用浓磷酸在加热时能使硅酸盐矿物溶解但对游离二氧化硅的溶解度很小这一特征,在一定条件下可使游离二氧化硅与大多数硅铝酸盐矿物分离,然后用重量法进行测定。

4 试剂

除非另有说明,本分析中仅使用确认为分析纯的试剂;所用水为蒸馏水或去离子水或相当纯度的水,应符合 GB/T 6682 的规定。

4.1 磷酸($\rho 1.70 \text{ g/mL}$)。

4.2 氟硼酸($\rho 1.84 \text{ g/mL}$)。警告:氟硼酸有毒、有腐蚀性,操作时应戴手套,防止与皮肤接触!

4.3 氢氟酸($\rho 1.15 \text{ g/mL}$)。警告:氢氟酸有毒、有腐蚀性,操作时应戴手套,防止与皮肤接触!

4.4 氨水溶液(1+5)。

4.5 硝酸铵溶液(2 g/L):称取 2 g 硝酸铵溶于 1 000 mL 温水中,用氨水溶液(4.4)以甲基红溶液(4.6)为指示剂调至 $\text{pH} \approx 7$ 。

4.6 硫酸溶液(1+1)。警告:不当的稀释易发生危险!应在烧杯中,将硫酸缓慢加入同体积的水溶液并用玻棒不断搅动。

4.7 甲基红溶液(2 g/L):称取 0.2 g 甲基红溶于 60 mL 无水乙醇中,用水稀释至 100 mL。

5 仪器和装置

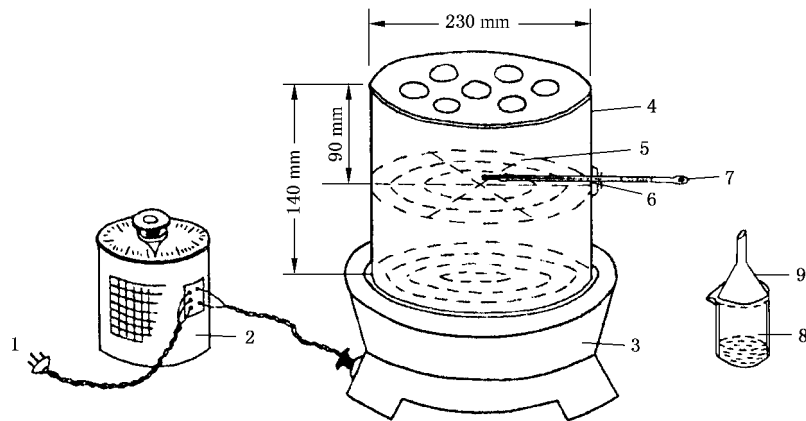
5.1 分析天平,三级,感量 0.1 mg。

5.2 高温炉,规格大于 1 000 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.3 圆盘电炉,功率为 2 000 W~3 000 W,炉盘直径为 230 mm。

5.4 调压器,调压范围为 0~250 V。

- 5.5 温度计,温度范围为 350 ℃~400 ℃。
- 5.6 铂坩埚,规格为 20 mL。
- 5.7 高型玻璃烧杯,250 mL,直径 62 mm,高 115 mm。
- 5.8 短颈玻璃漏斗,直径 65 mm,颈长 10 mm,可将一般漏斗去其长颈而成。
- 5.9 试料分解装置,可见图 1 的示意图,可根据实际需要自行设计制造试料分解装置。其中保温炉罩 4 用 0.8 mm 或 1 mm 不锈钢板制成,直径 230 mm,高 140 mm,内架一个由不锈钢丝(直径 2 mm)制成的烧杯支撑架 5 和温度计套管 6(在支撑架下),罩面设七孔,孔径 64 mm,炉罩周围用石棉布保温(试验时不用的孔应盖上铁板或表面皿以保持炉温稳定)。



- 1——电源;
2——调压器;
3——电炉;
4——保温炉罩;
5——烧杯支撑架;
6——温度计套管;
7——温度计;
8——高型玻璃烧杯;
9——短颈玻璃漏斗。

注:恒温调节方法:根据电炉的功率。用调压器调至适当电压,使炉温保持在 320 ℃±5 ℃,即可进行试料分解。如用 3 000 W 电炉输入电压为 220 V 时,将调压器调至 100 V 左右即可保持 320 ℃恒温。如有条件,可配置温控装置则更为理想。

图 1 试料分解装置示意图

6 试样

- 6.1 试样粒径应小于 74 μm。
- 6.2 试样应在 105 ℃烘箱中干燥 2 h,置于干燥器中,冷却至室温。

7 分析步骤

7.1 测定数量

应根据样品数量进行双份测定或按一定比例进行双份测定。

7.2 试料量

称取 1 g 试料,精确至 0.1 mg。

7.3 空白试验

随同试料进行空白试验。

7.4 验证试验

随同试料分析与被测样品性质相同或相近的标准物质。

7.5 测定

7.5.1 试料的分解

将试料(7.2)置于预先烘干的 250 mL 高型烧杯(5.7)中,沿杯壁加入 30 mL 磷酸(4.1)。在杯口反盖上合适的短颈干燥漏斗(5.8)。置于已升温至 320 °C 的试料处理装置(5.9)中,灰岩保持 30 min,生料保持 40 min。取下,冷却至 50 °C~60 °C,以蒸馏水吹洗短颈漏斗及杯壁,再加 70 °C~80 °C 的热水 150 mL,充分搅拌后加入 10 mL 氟硼酸(4.2),在 50 °C 水浴中保持 30 min(中间搅拌 2 次),取下。

7.5.2 沉淀的过滤与洗涤

趁热用致密滤纸过滤,将沉淀全部转入滤纸上,用带有橡皮头的擦棒和一小片滤纸擦净玻璃棒和烧杯,并用热水冲洗干净后继续洗涤沉淀 10 次~15 次。然后用热硝酸铵溶液(4.5)洗涤至滤液不显酸性[用甲基红溶液(4.7)检验]。

注:有关说明参见附录 A。

7.5.3 沉淀的灼烧与恒重

将沉淀移至已恒重(m_0)的坩埚中,低温灰化后,在 1 000 °C 高温炉中灼烧 1 h,取出,在干燥器中冷却至室温后称重,再反复灼烧 30 min,直至恒重(m_1)。同时进行空白试验,称重,记下坩埚质量(m_3)。

7.5.4 沉淀的处理

沿坩埚壁加 3 滴~5 滴水润湿沉淀。加入 0.5 mL 硫酸(4.6)、10 mL 氢氟酸(4.3),在电热板上蒸发至冒白烟,再加 5 mL 氢氟酸(4.3),加热蒸干至白烟冒尽。将坩埚连同残渣置于 1 000 °C 高温炉中灼烧 1 h,取出,在干燥器中冷却至室温后称重。再反复灼烧 30 min,直至恒重(m_2)。同时进行空白试验,称量,记下坩埚质量(m_4)。

8 结果计算

8.1 计算结果以质量分数 $w(\text{fSiO}_2)$ 计,数值以 % 表示,按式(1)计算游离二氧化硅的含量。

$$w(\text{fSiO}_2) = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——氢氟酸处理前沉淀连同坩埚的质量,单位为克(g);

m_2 ——氢氟酸处理后残渣连同坩埚的质量,单位为克(g);

m_3 ——氢氟酸处理前空白坩埚的质量,单位为克(g);

m_4 ——氢氟酸处理后空白坩埚的质量,单位为克(g);

m ——称取试料的质量,单位为克(g)。

8.2 计算结果以每克试料中的残渣量来表示,数值以 mg/g 表示,按式(2)计算残渣量。

$$\text{残渣量} = \frac{(m_2 - m_0) - (m_4 - m_0)}{m} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_2 ——氢氟酸处理后残渣连同坩埚的质量,单位为克(g);

m_4 ——氢氟酸处理后空白坩埚的质量,单位为克(g);

m_0 ——空坩埚的质量,单位为克(g);

m ——称取试料的质量,单位为克(g)。

每次测定的残渣质量不得超过 2 mg/g,否则应重新进行测定。

8.3 计算结果以 % 表示至小数点后第二位。

9 精密度

精密度实验结果见表 1。

表 1 精密度 %

水平序号	测定水平 m	重复性限 r	再现性限 R
1	1.50	0.11	0.14
2	4.32	0.08	0.19
3	8.01	0.11	0.27
4	4.93	0.14	0.31
注 1：第 1、2、3 水平为石灰岩样品，第 4 水平为水泥生料样品。 注 2：本精密度数据是由 8 个实验室对 4 个水平的试样实验确定。			



附 录 A
(资料性附录)
注 意 事 项

- A.1 本标准中的游离二氧化硅,是指固体原料中单独以晶体形式存在的二氧化硅。
- A.2 本标准对含有锆英石、绿柱石、电气石等难溶的特殊硅酸盐矿物含量大于0.2%的样品不适用。
- A.3 本标准规定残渣量不得大于2 mg/g,是为了提高游离二氧化硅测定的准确度。因此在沉淀的过滤洗涤时,要特别注意溶剂磷酸的洗涤要彻底,否则残存在滤纸和沉淀中的磷酸铵在灼烧时将以五氧化二磷形式增大残渣的质量。
- A.4 本标准的干扰因素主要来自试样中硅铝酸盐所含的二氧化硅和三氧化二铝,按本标准规定的取样量1 g,可允许二氧化硅和三氧化二铝的最高含量分别为15%和10%。如超过此限度则应适当减少取样量为0.5 g;如二氧化硅和三氧化二铝含量很低(总量小于5%),而游离二氧化硅量高达10%~50%的硅质灰岩,本标准也能适用。
- A.5 本标准所规定的试料处理温度和处理时间,是指在320℃的试料处理装置中溶解30 min或40 min,并非指在320℃温度下溶解30 min或40 min。
-



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
石灰岩化学分析方法
游离二氧化硅量测定

GB/T 14840—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

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

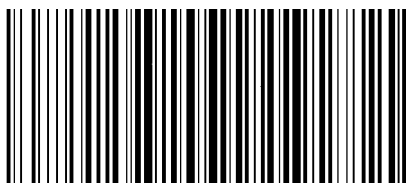
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 9 千字
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-41071

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 14840-2010