

GB/T 14506.4—2010

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

GB/T 14506.4—2010

ICS 73.080
D 53

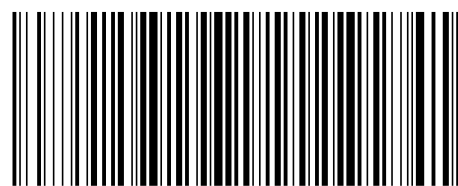


中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.4—2010
代替 GB/T 14506.4—1993

硅酸盐岩石化学分析方法 第4部分:三氧化二铝量测定

Methods for chemical analysis of silicate rocks—
Part 4: Determination of aluminium oxide content



GB/T 14506.4—2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-40948

定价: 14.00 元

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
中国国家标准化管理委员会 发布

中华人民共和国
国家标准
硅酸盐岩石化学分析方法
第4部分：三氧化二铝量测定
GB/T 14506.4—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 0.5 字数 10 千字
2010年12月第一版 2010年12月第一次印刷

*
书号：155066·1-40948 定价 14.00 元

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

6.5 测定

6.5.1 试料的分解

6.5.1.1 系统溶液中分取

由碱熔分离二氧化硅后的滤液 A 得到测定试液。

6.5.1.2 单独取样

将试料(6.2)置于铂坩埚中,用水润湿,加 1 mL 硫酸(4.4),加 5 mL 氢氟酸(4.2),置于电热板上加热并蒸发至冒尽白烟,取下冷却,用水冲洗坩埚内壁,补加几滴硫酸(4.4),再蒸发至白烟冒尽。取下,加约 5 g 焦硫酸钾(4.1),于 600 °C~700 °C 加热使残渣熔融(或将铂坩埚置于已升温至 700 °C 的高温炉内,熔融 5 min~10 min),取出放置冷却,擦净坩埚外壁,置于已加入 20 mL 水及 2 mL 盐酸(4.7)的 150 mL 烧杯中,加热浸取,洗出坩埚,冷却后移入 50 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

6.5.2 试液的分取

根据三氧化二铝含量,按(6.2)分取 25.0 mL 或 15.0 mL 试液,置于 200 mL 烧杯中,加 10 mL EDTA 溶液(4.13),放入一小片刚果红试纸(4.16),用氨水(4.9)调至刚果红试纸变红色,盖上表面皿,加热煮沸 2 min~3 min,取下,加 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(4.12),置于冷水中冷却,用水冲洗表面皿及烧杯壁,加 2 滴~3 滴半二甲酚橙指示剂(4.17),滴加乙酸锌溶液(4.10)至近终点,继而再用乙酸锌标准滴定溶液(4.15)滴定至橙红色为终点(不计读数),立即加入 5 mL 氟化钠溶液(4.11),搅匀,用玻璃棒压住刚果红试纸(4.16),再小心煮沸 3 min,取下立即放流水中冷却,用乙酸锌标准滴定溶液(4.15)滴定至橙红色为终点,记下读数,此为铝、钛含量。将二氧化钛量结果乘以 0.638 1,从铝、钛含量结果中减去,即为试料中三氧化二铝量。

7 结果计算

计算结果以质量分数 $w(\text{Al}_2\text{O}_3)$ 计,数值以 % 表示,按式(2)计算三氧化二铝量:

$$w(\text{Al}_2\text{O}_3) = \frac{(V_1 - V_0)TV \times 10^{-3}}{mV_2} \times 100 - w(\text{TiO}_2) \times 0.638 1 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- V_1 ——滴定试料溶液消耗乙酸锌标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
- V_0 ——滴定试料空白溶液消耗乙酸锌标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
- T ——乙酸锌标准滴定溶液对三氧化二铝的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V ——试料溶液总体积,单位为毫升(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);

0.638 1——二氧化钛对三氧化二铝的换算因数。

分析结果保留至小数点后第二位。

8 精密度

硅酸盐岩石中三氧化二铝量测定结果的精密度见表 1。

表 1 精密度 %

| 成分 | 水平范围 m | 重复性限 r | 再现性限 R |
|-------------------------|------------|------------|--------------------|
| Al_2O_3 | 3.52~18.79 | $r=0.137m$ | $R=0.231+0.009 7m$ |

注:本精密度数据是由 9 个实验室对 10 个水平的试料进行实验确定的。

(4.5),用水稀释至 1 000 mL。

4.13 EDTA 溶液 $c(\text{EDTA})=0.1 \text{ mol/L}$;称取 37.2 g EDTA 二钠盐,加热溶解于水中,冷却后,加水至 1 000 mL,摇匀。

4.14 三氧化二铝标准溶液:准确称取 0.529 3 g 高纯金属铝片[预先用盐酸(4.7)洗净表面,然后分别用水和无水乙醇洗涤,风干后备用],置于烧杯中,用 20 mL 盐酸(4.7)溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,冷却至室温,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1.000 0 mg 三氧化二铝。

4.15 乙酸锌标准滴定溶液的配制和标定:

a) 乙酸锌标准滴定溶液的配制 $\{c[\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]=0.010 0 \text{ mol/L}\}$:

称取 4.4 g 乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 溶解于水中,用乙酸(4.6)调整至 pH5.7,过滤,加水至 2 000 mL;

b) 乙酸锌标准滴定溶液的标定:

取 10.0 mL(或 5.00 mL)三氧化二铝标准溶液(4.14),置于 200 mL 烧杯中,以下按(6.5.2)分析步骤进行;

c) 乙酸锌标准滴定溶液对三氧化二铝滴定度按式(1)计算。

$$T = \frac{m}{V} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

T ——乙酸锌标准滴定溶液对三氧化二铝的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m ——分取三氧化二铝量,单位为毫克(mg);

V ——消耗乙酸锌标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL)。

4.16 刚果红试纸。

4.17 半二甲酚橙溶液(5 g/L)。

5 试样

5.1 试样粒径应小于 74 μm 。

5.2 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。

5.3 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。

6 分析步骤

6.1 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。

6.2 试料量

系统分析分取相当于 60 mg 或 100 mg 试料的滤液 A[GB/T 14506.3 中(3.5.5.4)或(4.5.5.4)分离 SiO_2 后的试料溶液,下同]。

单独取样,称取 0.2 g 试料,精确至 0.1 mg。

三氧化二铝含量大于 15%时分取相当于 60 mg 试料的溶液,含量小于 15%时分取相当于 100 mg 试料的溶液。

6.3 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。

6.4 验证试验

随同试料分析同类型含量相近的标准物质。

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:钽量测定;
- 第 27 部分:镱量测定;
- 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 4 部分。

本部分代替 GB/T 14506.4—1993《硅酸盐岩石化学分析方法 氟化物取代络合滴定法测定三氧化二铝量》。

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。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。