

ICS 73.080
D 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.3—2010
代替 GB/T 14506.3—1993

GB/T 14506.3—2010

硅酸盐岩石化学分析方法 第3部分：二氧化硅量测定

Methods for chemical analysis of silicate rocks—
Part 3: Determination of silicon dioxide content

中华人民共和国
国家标准
硅酸盐岩石化学分析方法
第3部分：二氧化硅量测定
GB/T 14506.3—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 16 千字
2010年12月第一版 2010年12月第一次印刷

书号：155066·1-40947 定价 16.00 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



GB/T 14506.3—2010

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

面皿,放在沸水浴上蒸发至湿盐状,取下,冷却,用玻璃棒压碎盐类,加 20 mL 盐酸(4.2.8),加热煮沸 1 min,将烧杯置于 70 ℃ 水浴中,加入 10 mL 动物胶(4.2.17),充分搅拌 1 min,并在水浴上保持 10 min,取下用水冲洗表面皿,加水至约 40 mL,搅拌使可溶性盐类溶解,用中速定量滤纸过滤,滤液收集于 250 mL 容量瓶中,将沉淀全部转入滤纸上,用盐酸(4.2.10)洗涤沉淀与烧杯各数次,并用橡皮擦头和一小片滤纸擦净玻璃棒和烧杯,再用水洗沉淀和滤纸至无氯离子[用硝酸银溶液(4.2.20)检查]。

注:如试料含氟>0.3%时,在用酸浸取熔块时,加入 0.5 g 硼酸(4.2.3),使氟与硼结合成 HBF_4 ,在以后蒸发溶液时氟以 BF_3 形式逸去,不影响测定,但过剩的硼在硅酸脱水时以硼酸状态混入硅酸沉淀中,灼烧成三氧化二硼,当用氢氟酸-硫酸处理时三氧化二硼又与氟生成 BF_3 而逸出,使二氧化硅结果偏高。故需在沉淀灼烧后,用甲醇(4.2.5)处理,使硼全部呈硼甲醚 $\text{B}(\text{OCH}_3)_3$ 挥发除去。

4.5.5.3 沉淀的灼烧、称重和处理

将滤纸连同沉淀放入铂坩埚中,低温灰化。将铂坩埚放入高温炉中,在 1 000 ℃ 灼烧 1 h,取出稍冷却后,放入干燥器中,冷却 20 min,称重。再在同样温度下反复灼烧 30 min 直至恒重。沿坩埚壁加 3 滴~5 滴水润湿沉淀,加 10 滴硫酸(4.2.14)、5 mL 氢氟酸(4.2.12),加热蒸发至白烟冒尽,将坩埚连同残渣置于 1 000 ℃ 的高温炉中灼烧 30 min,取出稍冷却后,放入干燥器中,冷却 20 min,称重。再在同样温度下反复灼烧 30 min 直至恒重。两次称重质量之差为沉淀中二氧化硅量。

4.5.5.4 残渣的熔融

残渣用 1 g~2 g 焦硫酸钾(4.2.4)在 600 ℃~700 ℃ 熔融 5 min,加几毫升水及几滴盐酸(4.2.9)加热溶解,并入收集滤液的 250 mL 容量瓶中,冷却至室温,用水稀释至刻度,摇匀。此为滤液 A。保留滤液 A 用于残余二氧化硅量、总铁量、三氧化二铝量、氧化钙量、氧化镁量、三氧化铁量、氧化锰量、五氧化二磷量的测定。

4.5.5.5 滤液中残余二氧化硅的测定

4.5.5.5.1 硅酸的解聚

分取 10 mL 滤液 A(4.5.5.4)置于 50 mL 聚四氟乙烯烧杯或 30 mL~50 mL 铂坩埚中,加 10 mL 氢氧化钠溶液(4.2.16)搅匀。置于电热板上加热煮沸数分钟,取下冷却,加 1 滴酚酞指示剂(4.2.21),先用较浓的盐酸(4.2.9)中和大量的碱后,再用稀盐酸(4.2.11)中和至红色褪去并过量 6 mL,移入 100 mL 容量瓶中。

4.5.5.5.2 校准溶液系列的配制

取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 二氧化硅标准溶液[4.2.19b)],置于一系列盛有 10 mL 盐酸(4.2.11)的 100 mL 容量瓶中,加水至 40 mL 左右。

4.5.5.5.3 显色和测定

向试液(4.5.5.5.1,4.5.5.5.2)加 10 mL 无水乙醇(4.2.6),摇匀。加 5 mL 钼酸铵溶液(4.2.15),摇匀。放置 20 min 后,加 10 mL 硫酸(4.2.14),摇匀。放置 10 min,加 5 mL 抗坏血酸溶液(4.2.18),摇匀。用水稀释至刻度,摇匀。放置 1 h 后,在分光光度计上,用 2 cm 比色皿,波长 660 nm 处以试剂空白为参比测量吸光度。

4.5.5.5.4 校准曲线绘制

以浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。从校准曲线上查得相应的二氧化硅量。

4.6 结果计算

计算结果以质量分数 $w(\text{SiO}_2)$ 计,数值以%表示,按式(2)计算二氧化硅量。

$$w(\text{SiO}_2) = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m} \times 100 + \frac{(m_5 - m_0)V \times 10^{-6}}{mV_1} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——处理前沉淀与坩埚质量,单位为克(g);

m_2 ——处理后残渣与坩埚质量,单位为克(g);

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:铈量测定;
- 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 3 部分。

本部分代替 GB/T 14506.3—1993《硅酸盐岩石化学分析方法 二氧化硅的测定》。

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。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分起草单位：浙江省地质矿产研究所。

本部分主要起草人：胡勇平、郑存江、张明杰。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 14506.3—1993。

4.2.16 氢氧化钠溶液(100 g/L)。贮于塑料瓶中。

4.2.17 动物胶溶液(10 g/L)。称取 1 g 动物胶溶解于 70 °C 的 100 mL 水中。用时现配。

4.2.18 抗坏血酸溶液(50 g/L)。用时现配。

4.2.19 二氧化硅标准溶液的配制：

a) 二氧化硅标准溶液(200 μg/mL)：

称取 0.200 0 g 预先经 1 000 °C 灼烧 1 h 的高纯二氧化硅，置于铂坩埚中，加 1 g 过氧化钠(4.2.2)混匀，上面再覆盖 1 g 过氧化钠(4.2.2)，在 520 °C ± 10 °C 的高温炉内熔融 10 min。取出冷却，用滤纸擦净坩埚外壁，放在塑料烧杯中用热水浸取，洗出坩埚和盖，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，迅速用水稀释至刻度，摇匀。立即转入干燥的塑料瓶中保存；

b) 二氧化硅标准溶液(20.0 μg/mL)：

分取 10.0 mL 二氧化硅标准溶液[4.2.19a)]，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。立即转入干燥的塑料瓶中保存。用时现配。

4.2.20 硝酸银溶液(10 g/L)。贮于棕色瓶中。

4.2.21 酚酞乙醇溶液(1 g/L)。称取 0.1 g 酚酞溶解于 100 mL 乙醇(4.2.7)中。

4.3 仪器

4.3.1 分光光度计。

4.3.2 天平：三级，感量 0.1 mg。

4.4 试样

4.4.1 试样粒径应小于 74 μm。

4.4.2 试样应在 105 °C 预干燥 2 h~4 h，置于干燥器中，冷却至室温。

4.4.3 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。

4.5 分析步骤

4.5.1 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。

4.5.2 试料量

称取 1 g 试料，精确至 0.1 mg。

4.5.3 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。

4.5.4 验证试验

随同试料分析同类型的标准物质。

4.5.5 测定

4.5.5.1 试料的分解

将试料(4.5.2)置于预先盛有 6 g 无水碳酸钠(4.2.1)的铂坩埚中，搅拌均匀，再覆盖 1 g 无水碳酸钠(4.2.1)。盖上铂坩埚盖，放入高温炉中，于 1 000 °C 熔融 40 min，取出冷却。

注 1：如试料中重金属含量 > 1 mg 时，先用王水处理。将试料(4.5.2)置于 250 mL 烧杯中，加 15 mL 盐酸(4.2.8)，于电热板上加热 10 min，加 5 mL 硝酸(4.2.13)，继续加热蒸发至干，再加 5 mL 盐酸(4.2.8)，蒸干。加少量盐酸(4.2.9)，加水至约 50 mL，加热使盐类溶解，取下，用致密定量滤纸过滤，滤液保留。滤纸和残渣置于铂坩埚中，灰化，再用无水碳酸钠(4.2.1)熔融，熔块连同坩埚在原滤液中浸取后，按(4.5.5.2)继续进行。

注 2：铝含量太高时，可适当延长熔矿时间至 1 h。

4.5.5.2 熔块的浸取和硅酸的凝聚

用滤纸擦净坩埚外壁，放入 250 mL 烧杯中，盖上表面皿，慢慢加入 50 mL 盐酸(4.2.9)，待剧烈反应停止后，加热使熔块脱落，洗出坩埚和坩埚盖。如有结块，用玻璃棒压碎。架上玻璃三角架后盖上表