



中华人民共和国国家标准

GB/T 3286.1—2012
代替 GB/T 3286.1—1998

GB/T 3286.1—2012

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

Methods for chemical analysis of limestone and dolomite—Part 1: The determination of calcium oxide and magnesium oxide content—The complexometric titration method and the flame atomic absorption spectrometric method

中华人民共和国
国家标准
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 3286.1—2012

*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
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 1.25 字数 32 千字
2013 年 4 月第一版 2013 年 4 月第一次印刷

*
书号：155066·1-46516 定价 21.00 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)68510107



GB/T 3286.1—2012

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

表 B.4 (续)

实验室	氧化镁含量(质量分数)/%				
	1	2	3	4	5
5	2.306	9.561	15.63	17.41	21.13
	2.310	9.623	15.58	17.71	20.98
	2.344	9.837	15.34	17.63	21.25
6	2.301	9.395	15.52	17.35	21.11
	2.321	9.414	15.47	17.29	21.05
	2.313	9.459	15.50	17.42	21.11
7	2.291	9.441	15.51	17.65	21.03
	2.272	9.553	15.35	17.50	21.01
	2.179	9.327	15.25	17.45	21.05
8	2.165	9.345	15.09	17.01	21.01
	2.218	9.524	14.86	17.31	21.30
	2.213	9.411	14.90	17.15	21.22

B.3 火焰原子吸收光谱法测定氧化镁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 个实验室对氧化镁含量的 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氧化镁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,所确定精密度函数关系式见表 B.5。

表 B.5 火焰原子吸收光谱法测定氧化镁精密度函数关系式

氧化镁的质量分数	重复性限 r	再现性限 R
0.1%~2.5%	$r=0.007\ 282+0.020\ 04m$	$R=-0.000\ 95+0.077\ 64m$
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.6。

表 B.6 火焰原子吸收光谱法测定氧化镁精密度试验原始数据

实验室	氧化镁含量(质量分数)/%				
	1	2	3	4	5
1	0.358	0.717	0.822	1.096	2.299
	0.358	0.717	0.820	1.094	2.302
	0.362	0.728	0.819	1.100	2.328
2	0.367	0.735	0.788	1.200	2.372
	0.362	0.730	0.779	1.208	2.370
	0.360	0.733	0.784	1.202	2.363

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 1 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 3286.1—1998《石灰石、白云石化学分析方法 氧化钙量和氧化镁量的测定》。

本部分与 GB/T 3286.1—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 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》;
- 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;
- 对样品稀释倍数、氯化铈用量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、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人:闻向东、陈士华、张穗忠、邵梅、曹宏燕、文斌、赵希文、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 3286.1—1982、GB/T 3286.1—1998;
- GB/T 3286.11—1993。

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 络合滴定法测定氧化钙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 个实验室对氧化钙含量的 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氧化钙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 络合滴定法测定氧化钙精密度函数关系式

氧化钙的质量分数	重复性限 r	再现性限 R
>20%	$r=0.3635-0.000935m$	$R=0.6940-0.001949m$
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 络合滴定法测定氧化钙精密度试验原始数据

实验室	氧化钙含量(质量分数)/%				
	1	2	3	4	5
1	31.40	36.19	42.73	51.62	55.23
	31.40	36.15	42.66	51.55	55.20
	31.35	36.15	42.66	51.57	55.17
2	31.30	35.93	42.55	51.84	55.02
	31.66	35.62	42.89	51.64	54.84
	31.53	35.79	42.80	51.72	54.96
3	31.40	36.08	42.71	51.37	55.29
	31.59	35.89	42.55	51.18	55.42
	31.22	36.26	42.40	51.22	55.14
4	31.81	35.79	42.65	51.38	55.02
	31.88	35.87	42.58	51.51	55.20
	31.81	35.87	42.58	51.24	55.09
5	31.20	35.71	42.47	51.41	55.04
	31.52	35.87	42.61	51.52	55.37
	31.45	35.78	42.31	51.36	55.46
6	31.51	35.63	42.86	51.35	55.40
	31.57	35.67	42.86	51.49	55.40
	31.60	35.72	42.93	51.40	55.37

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

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 的本部分规定了用络合滴定法测定氧化钙、氧化镁含量和用原子吸收光谱法测定氧化镁含量。

本部分适用于石灰石、白云石中氧化钙含量和氧化镁含量的测定,也适用于冶金石灰中氧化钙含量和氧化镁含量的测定。络合滴定法,测定范围(质量分数):氧化钙含量大于 20%,氧化镁含量大于 2.5%;原子吸收光谱法,测定范围(质量分数):氧化镁含量 0.1%~2.5%。

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 3286.2 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

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 7728 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 络合滴定法**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,以三乙醇胺掩蔽铁、铝、锰等离子,在强碱介质中,以钙羧酸(钙指示剂)作指示剂,用乙二胺四乙酸(EDTA)或乙二醇二乙醚二胺四乙酸(EGTA)标准滴定溶液滴定氧化钙量。对高镁试样,在试液调节至碱性前预置 90%~95%的 EDTA 或 EGTA 标准滴定溶液,以消除大量镁的影响。另取部分试液,以三乙醇胺掩蔽铁、铝、锰等离子,在 pH