

16 精密度

精密度表

组 分	水平范围, %	重复性 r	再现性 R
K ₂ O	0.14~7.53	$r=0.047\ 7+0.032\ 2m$	$R=0.073\ 7+0.046\ 3m$
Na ₂ O	0.05~7.24	$r=0.094\ 3m^{0.492\ 1}$	$R=0.127\ 6m^{0.566\ 8}$

本精密度数据是在1988~1989年,由七个实验室对十个水平的试样所做的实验中确定的。

附加说明:

本标准由中华人民共和国地质矿产部提出。

本标准由地质矿产部岩矿测试技术研究所归口。

本标准由地质矿产部岩矿测试技术研究所负责起草。

本标准主要起草人张宗纯、颜茂弘、平锡康。

GB/T 14506.11—93

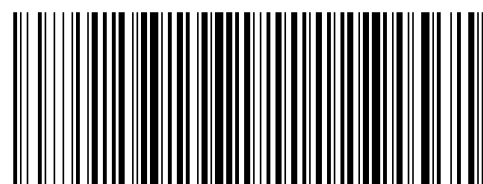
UDC 549.6
D 53

中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.11—93

硅酸盐岩石化学分析方法 氧化钾和氧化钠的测定

Silicate rocks—Determination of potassium oxide and sodium oxide



GB/T 14506.11—1993

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-24503

定价: 8.00 元

1993-06-19 发布

1994-02-01 实施

国家技术监督局 发布

14.5 测定

14.5.1 试样的分解

按第 14.2 条称取试样,置于铂坩锅中,用水润湿,加 1mL 硫酸(11.2)、10mL 氢氟酸(11.1),低温加热分解,待冒浓厚白烟,取下冷却,用水冲洗坩锅内壁,再加热至硫酸烟冒尽,取下冷却,加 2mL 硝酸(11.3),5~10mL 水,加热使可溶盐类溶解,取下冷却,移入 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

注:如需用此溶液测定磷,则在分解试样时温度不能太高,时间也不能太长,以免磷的损失。

14.5.2 试液的分取

按第 14.2 条将全部或分取部分溶液于 100mL 容量瓶中,补加硝酸(11.3)至 1%的酸度,用水稀释至刻度,摇匀。

14.5.3 测量吸光度

在原子吸收分光光度计上,调节波长钾为 766.5nm,钠为 589.0nm,光谱带宽为 0.7~1.3nm,点燃空气-乙炔火焰,用水调零,分别测量钾、钠的吸光度。先用工作曲线系列溶液中浓度最大的喷测,并调节火焰状态和燃烧器位置与高度,使测得的吸光度为最大。然后按浓度由低到高的顺序,依次喷测钾或钠工作曲线系列溶液和待测试样溶液(包括空白与标准试样)。喷测溶液时均以水调零,每一溶液至少喷测两次,记下获得的稳定读数,求得各自的平均吸光度。

在喷测试样溶液的过程中,须经常喷测工作曲线系列溶液中的某一份,以了解仪器工作情况是否有变化,如果该溶液的读数有明显变化,则须重新喷测全部工作曲线系列溶液后再继续测量。

14.6 工作曲线的绘制

14.6.1 氧化钾-氧化钠混合工作曲线系列溶液的配制(用时现配)

取 0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00、7.00、8.00、9.00、10.00mL 氧化钾标准溶液(11.4.2)和 0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00、7.00、8.00、9.00、10.00mL 氧化钠标准溶液(11.5.2),分别置于一系列 100mL 容量瓶中,各加入 2mL 硝酸(11.3),用水稀释至刻度,摇匀。

注:当试样中钾、钠含量相差超过 5 倍时,应按试样中钾、钠比例配制相应的氧化钾-氧化钠混合工作曲线系列溶液。

14.6.2 绘制工作曲线

以工作曲线系列每一溶液的平均吸光度减去零浓度溶液的平均吸光度,为氧化钾或氧化钠工作曲线系列溶液的净吸光度,以氧化钾或氧化钠的浓度为横坐标,平均吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

14.7 将试样溶液的平均吸光度和随同试样的空白溶液平均吸光度,从工作曲线上分别查出试样溶液和试样空白溶液中氧化钾或氧化钠的量。

15 分析结果的计算

15.1 按式(2)计算氧化钾或氧化钠的含量:

$$K_2O、Na_2O(\%) = \frac{(m_1 - m_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m \cdot V_1} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得试样溶液的氧化钾或氧化钠量, μg ;
 m_0 ——从工作曲线上查得试样空白溶液的氧化钾或氧化钠量, μg ;
 V ——试样溶液总体积, mL;
 m ——试样量, g;
 V_1 ——分取试样溶液体积, mL。

15.2 分析结果表示至小数点后第二位。

中华人民共和国
国家标准
硅酸盐岩石化学分析方法
氧化钾和氧化钠的测定

GB/T 14506.11—93

*

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.bzcb.com

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 11 千字

1994 年 2 月第一版 2005 年 8 月第二次印刷

*

书号:155066·1-24503 定价 8.00 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

11.1 氢氟酸(ρ 1.15g/mL)。

11.2 硫酸(1+1)。

11.3 硝酸(1+1)。

11.4 氧化钾标准溶液:

11.4.1 称取 1.582 9g 经过 500~600℃灼烧 2h 的高纯氯化钾(KCl),置于烧杯中,用水溶解,移入 1 000mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1mL 含 1.00mg 氧化钾。

11.4.2 移取 20.0mL 氧化钾标准溶液(11.4.1),置于 200mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1mL 含 100.0 μ g 氧化钾。

11.5 氧化钠标准溶液:

11.5.1 称取 1.885 9g 经过 500~600℃灼烧 2h 的高纯氯化钠(NaCl),置于烧杯中,用水溶解,移入 1 000mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1mL 含 1.00mg 氧化钠。

11.5.2 移取 20.0mL 氧化钠标准溶液(11.5.1),置于 200mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1mL 含 100.0 μ g 氧化钠。

12 仪器

原子吸收分光光度计,配有钾、钠空心阴极灯,空气-乙炔预混合燃烧器,打印机或记录仪。

所用原子吸收分光光度计均应达到下列指标:

12.1 检出限:在与最终测量试样溶液的基体相一致的溶液中,钾、钠的检出限应分别小于 0.6 μ g/mL 和 0.4 μ g/mL。

12.2 工作曲线线性:工作曲线上部 20%浓度范围内的斜率(表示为吸光度变化量)与下部 20%浓度范围内斜率之比值,应不小于 0.7。

12.3 最低精密度要求:工作曲线中浓度最高的标准溶液的 10 次吸光度的标准偏差,应不超过其平均吸光度的 1.5%;浓度最低的标准溶液(不是零浓度溶液)的 10 次吸光度的标准偏差,应不超过浓度最高的标准溶液平均吸光度的 0.5%。

13 试样

13.1 试样粒度应小于 74 μ m。

13.2 试样应在 105℃预干燥 2~4h,置于干燥器中,冷却至室温。

13.3 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 进行吸附水的测定,最终以干态计算结果。

14 分析步骤

14.1 测定数量

同一试样,在同一实验室,应由同一操作者在不同时间内进行 2~4 次测定。

14.2 试样量

称取 0.200 0g 试样,精确至 0.000 1g。根据试样氧化钾、氧化钠含量:0.05%~0.5% K_2O 、 Na_2O 用全量 200mg 试样的溶液;0.5%~1% K_2O 、 Na_2O 分取相当于 100mg 试样的溶液;1%~2% K_2O 、 Na_2O 分取相当于 50mg 试样的溶液;2%~3% K_2O 、 Na_2O 分取相当于 25mg 试样的溶液;3%~5% K_2O 、 Na_2O 分取相当于 20mg 试样的溶液;5%~8% K_2O 、 Na_2O 分取相当于 10mg 试样的溶液进行测定。

14.3 空白试验

随同试样进行双份空白试验,所用试剂须取自同一试剂瓶。

14.4 校正试验

随同试样分析同类型的标准试样。

中华人民共和国国家标准

硅酸盐岩石化学分析方法 氧化钾和氧化钠的测定

GB/T 14506.11—93

Silicate rocks—Determination of potassium oxide and sodium oxide

1 主题内容与适用范围

本标准适用于黑云母花岗岩、流纹岩、花岗闪长岩、石英角闪安山岩、橄榄玄武岩、辉长岩、粗安岩、霓霞正长岩、砂岩、页岩以及其他成分相近的硅酸盐岩石中氧化钾和氧化钠的测定。

测定范围:火焰光度法,0.5%~20%氧化钾或氧化钠。火焰原子吸收分光光度法,0.05%~8%氧化钾或氧化钠。

本标准遵守 GB/T 14505 的规定。

2 引用标准

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法 总则及一般规定

GB/T 14506.1 硅酸盐岩石化学分析方法 重量法测定吸附水量

第一篇 火焰光度法

3 方法提要

试样用氢氟酸、硫酸分解,制成 1%的硝酸溶液,在火焰光度计上,钾用 766nm 钠用 589nm 的滤光片进行测定。

4 试剂

本法所用的水应是蒸馏水。

4.1 氢氟酸(ρ 1.15g/mL)。

4.2 硫酸(1+1)。

4.3 硝酸(1+1)。

4.4 氧化钾标准溶液:

4.4.1 称取 1.582 9g 经过 500~600℃灼烧 2h 的高纯氯化钾(KCl),置于烧杯中,用水溶解,移入 1 000mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1mL 含 1.00mg 氧化钾。

4.4.2 移取 20.0mL 氧化钾标准溶液(4.4.1),置于 200mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1mL 含 100.0 μ g 氧化钾。

4.5 氧化钠标准溶液:

4.5.1 称取 1.885 9g 经过 500~600℃灼烧 2h 的高纯氯化钠(NaCl),置于烧杯中,用水溶解,移入 1 000mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1mL 含 1.00mg 氧化钠。

4.5.2 移取 20.0mL 氧化钠标准溶液(4.5.1),置于 200mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液

国家技术监督局 1993-06-19 批准

1994-02-01 实施