

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、肖惠祥、陈金武。

GB/T 14506.6—93

UDC 549.6
D 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.6—93

硅酸盐岩石化学分析方法 氧化钙的测定

Silicate rocks—Determination of calcium oxide



GB/T 14506.6-1993

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-24498

定价: 8.00 元

1993-06-19 发布

1994-02-01 实施

国家技术监督局 发布

2%，加水至 50~60 mL，加 10 mL 氯化锶溶液(10.2)，用水稀释至刻度，摇匀。

注：含 1%~5%CaO 的滤液 A，需分取 25.0 mL 稀释至 100 mL 后再分取所需量进行处理测定。

13.5.2 测量吸光度

在原子吸收分光光度计上，调节波长为 422.7 nm，光谱带宽为 0.7~1.3 nm 点燃空气-乙炔火焰，用水调零，测量钙的吸光度。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，依次喷测钙工作曲线系列溶液和待测试样溶液(包括空白与标准样品)。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。

13.6 工作曲线的绘制

13.6.1 工作曲线系列溶液的配制

取 0.00、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00、12.00、16.00、20.00 mL 氧化钙标准溶液(10.3.2)，于一系列 100 mL 容量瓶中，加水至 50~60 mL，各加入 4 mL 盐酸(10.1)，10 mL 氯化锶溶液(10.2)，用水稀释至刻度，摇匀。

13.6.2 绘制工作曲线

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，为氧化钙工作曲线系列溶液净吸光度。以氧化钙量为横坐标，净吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

13.7 将试样溶液的平均吸光度和随同试样的空白试样溶液的平均吸光度，从工作曲线上分别查出试样溶液和空白溶液中氧化钙量。

14 分析结果的计算

14.1 按式(3)计算氧化钙的含量：

$$\text{CaO}(\%) = \frac{(m_1 - m_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中： m_1 ——从工作曲线上查得试样溶液的氧化钙量， μg ；

m_0 ——从工作曲线上查得试样空白溶液的氧化钙量， 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。

14.2 分析结果表示至小数点后第二位。

15 精密度

精密度表

水平范围，%	重复性 r	再现性 R
0.28~9.74	$r=0.087\ 6+0.056\ 2\ m$	$R=0.131\ 8+0.065\ 1\ m$

本精密度数据是在 1988~1989 年，由八个实验室对十个水平的试样所做的实验中确定的。

中华人民共和国
国家标准
硅酸盐岩石化学分析方法
氧化钙的测定

GB/T 14506.6—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.bzcs.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：155066·1-24498 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

10.2 氯化锶溶液:152 g 氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶解在水中,再加水至 1 000 mL,摇匀。此溶液 1 mL 含 50 mg 锶。

注:如果不是专为原子吸收测定钙、镁用的专门试剂,必须重结晶,可按下法进行提纯:取约 200 g 氯化锶,溶于尽可能少的 60℃水中,用中速滤纸过滤,稍为洗涤,放置至有少量结晶析出,边搅边加无水乙醇 100 mL,大量氯化锶析出,减压过滤,用无水乙醇洗几次,风干后使用。

10.3 氧化钙标准溶液

10.3.1 称取 0.892 4 g 预先在 120℃干燥 2 h 的高纯碳酸钙(CaCO_3),置于 400 mL 烧杯中,加 10 mL 水,盖上表面皿,从烧杯嘴慢慢加入 30 mL 盐酸(10.1),溶解完全后,加热煮沸除尽二氧化碳,取下冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 0.50 mg 氧化钙。

10.3.2 移取 10.0 mL 氧化钙标准溶液(10.3.1),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 50.0 μg 氧化钙。

11 仪器

原子吸收分光光度计,配有钙空心阴极灯,空气-乙炔预混合燃烧器,塞曼效应或连续光谱灯背景校正器(本标准推荐使用塞曼效应背景校正器),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:

11.1 检出限:在与最终测量试样溶液的基体相一致的溶液中,钙的检出限应小于 0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

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

11.3 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%。

12 试样

12.1 试样粒度应小于 74 μm 。

12.2 试样应在 105℃预干燥 2~4 h,置于干燥器中,冷却至室温。

12.3 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。

13 分析步骤

13.1 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。

13.2 试样量

根据氧化钙含量,0.1%~1%CaO 分取相当于 100 mg 试样的溶液;1%~2%CaO 分取相当于 50 mg 试样的溶液;2%~4%CaO 分取相当于 25 mg 试样的溶液;5%CaO 分取相当于 20 mg 试样的溶液进行测定。

13.3 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。

13.4 校正试验

随同试样分析同类型的标准试样。

13.5 测定

13.5.1 试液的处理

按(13.2)分取测定二氧化硅后所得的滤液 A,置于 100 mL 容量瓶中,补加盐酸(10.1)至酸度为

中华人民共和国国家标准

硅酸盐岩石化学分析方法 氧化钙的测定

GB/T 14506.6—93

Silicate rocks—Determination of calcium 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钙的测定。EGTA 络合滴定法对锶、钡总量大于 0.4%的岩样不适用。

测定范围:EGTA 络合滴定法,1%~15%氧化钙。火焰原子吸收分光光度法,0.1%~5%氧化钙。

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 EGTA 络合滴定法

3 方法提要

分离二氧化硅后的滤液,用三乙醇胺掩蔽铁、铝等干扰元素。镍、铜等干扰用氰化钾掩蔽,或者经六次甲基四胺、铜试剂分离干扰元素后,在 $\text{pH} \geq 12$ 的条件下,以钙黄绿素-百里酚酞络合剂为指示剂,用 EGTA 标准溶液滴定。

4 试剂

4.1 盐酸羟胺。

4.2 六次甲基四胺。

4.3 氢氧化钾(优级纯)。

4.4 氢氧化钾溶液(50%)。贮于塑料瓶中。

4.5 乙醇。

4.6 盐酸(1+1)。

4.7 氢氧化铵(1+1)。

4.8 三乙醇胺(1+1)。

4.9 氰化钾溶液(5%)。

注:此为剧毒试剂,必须小心使用,严格保管,不能在酸性条件下加入氰化钾,使用完后,应加入莫氏盐处理后方可倒入下水道。

国家技术监督局 1993-06-19 批准

1994-02-01 实施