



中华人民共和国国家标准

GB/T 3286.2—2012
代替 GB/T 3286.2—1998

GB/T 3286.2—2012

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

Methods for chemical analysis of limestone and dolomite—
Part 2: The determination of silicon dioxide content—
The silicomolybdic blue spectrophotometric method and
the perchloric acid dehydration gravimetric method

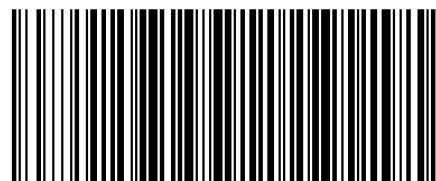
中华人民共和国
国家标准
石灰石及白云石化学分析方法
第2部分：二氧化硅含量的测定
硅钼蓝分光光度法和高氯酸脱水重量法
GB/T 3286.2—2012

*
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 字数 24 千字
2013年4月第一版 2013年4月第一次印刷

*
书号: 155066·1-46518 定价 18.00 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 3286.2—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.2 (续)

实验室	二氧化硅含量(质量分数)/%				
	1	2	3	4	5
6	0.071 7	0.392	0.780	2.034	4.275
	0.070 1	0.391	0.782	2.039	4.234
	0.069 7	0.389	0.784	2.027	4.240
7	0.080 0	0.398	0.796	2.051	4.237
	0.077 0	0.395	0.794	2.063	4.243
	0.076 0	0.390	0.786	2.050	4.202
8	0.070 3	0.381	0.783	2.101	4.234
	0.071 5	0.392	0.781	2.042	4.212
	0.070 9	0.403	0.789	1.985	4.255

B.2 高氯酸脱水重量法测定二氧化硅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 个实验室对二氧化硅含量的 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二氧化硅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.3。

表 B.3 高氯酸脱水重量法测定二氧化硅精密度函数关系式

二氧化硅的质量分数	重复性限 r	再现性限 R
$>2.0\%$	$\lg r = -1.044 1 + 0.138 5 \lg m$	$R = 0.056 17 + 0.024 34 m$

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.4。

表 B.4 高氯酸脱水重量法测定二氧化硅精密度试验原始数据

实验室	二氧化硅含量(质量分数)/%				
	1	2	3	4	5
1	2.020	3.160	4.080	6.120	8.100
	2.040	3.180	4.100	6.100	8.120
	2.060	3.140	4.120	6.120	8.100
2	2.000	3.180	4.290	6.100	7.900
	1.990	3.080	4.280	5.970	7.830
	2.080	3.150	4.170	6.050	7.840

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 2 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 3286.2—1998《石灰石、白云石化学分析方法 二氧化硅量的测定》。

本部分与 GB/T 3286.2—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 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》；
- 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；
- 增加了试料酸溶不完全、残渣回收的备注说明；
- 对高氯酸试剂用量及冒烟、沉淀干燥、灰化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、武汉科技大学、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：闻向东、徐建平、周郑、张穗忠、邵梅、陈士华、曹宏燕、余卫华、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 3286.2—1998；
- GB/T 3286.3—1982；
- GB/T 3286.4—1988。

附录 A
(规范性附录)
试样分析结果接受程序流程图

试样分析结果接受程序流程图如图 A.1 所示。

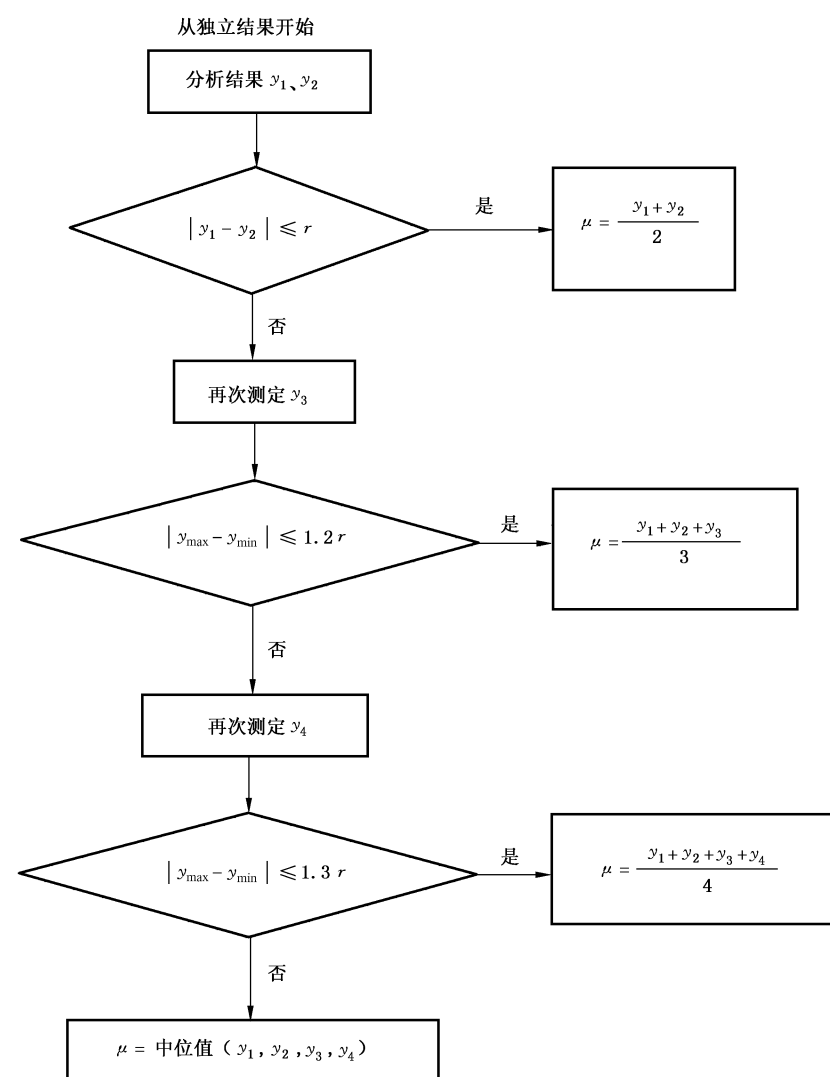


图 A.1 试样分析结果接受程序流程图

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

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 的本部分规定了用硅钼蓝分光光度法和高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量。

本部分适用于石灰石、白云石中二氧化硅含量的测定, 也适用于冶金石灰中二氧化硅含量的测定。硅钼蓝分光光度法, 测定范围(质量分数): 二氧化硅含量 0.05%~4.0%; 高氯酸脱水重量法, 测定范围(质量分数): 二氧化硅含量大于 2.0%。

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 3286.1 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 3286.3 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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 硅钼蓝分光光度法

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, 在约 0.15 mol/L 的盐酸介质中, 钼酸铵与硅酸形成硅钼杂多酸, 加入草酸-硫酸混合酸, 消除磷、砷干扰, 用硫酸亚铁铵将其还原为硅钼蓝, 于分光光度计波长 680 nm(或 810 nm)处测量吸光度。

3.2 试剂

分析中除另有说明外, 仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级以上蒸馏水或纯度