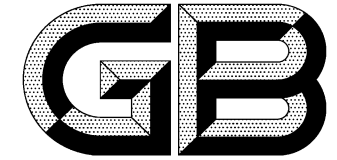


ICS 73.080  
D 52



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5195.1—2006  
代替 GB/T 5195.1—1985

GB/T 5195.1—2006

## 萤石 氟化钙含量的测定

Fluorspar—Determination of calcium fluoride content

中华人民共和国  
国家标准  
萤石 氟化钙含量的测定  
GB/T 5195.1—2006

\*

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](http://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 0.75 字数 13 千字  
2006年12月第一版 2006年12月第一次印刷

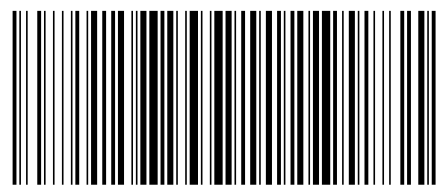
\*

书号: 155066·1-28371 定价 10.00 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 5195.1—2006

2006-08-16 发布

2007-01-01 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

## 4.7 允许差

在重复性条件下的两次独立测量结果的差值不大于表 2 所规定的允许差。

表 2 %

| 氟化钙的质量分数 | 允许差  |
|----------|------|
| ≥90.00   | 1.00 |

## 5 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- 鉴别试料,实验室的分析日期等资料;
- 遵守本标准规定的程度;
- 分析结果和表示;
- 测定中观察到的异常现象;
- 对分析结果可能有影响而本标准未包括的操作,或者自选的操作。

## 前 言

本标准代替 GB/T 5195.1—1985《氟石化学分析方法 EDTA 容量法测定氟化量》。

本标准是对 GB/T 5195.1—1985 的修订。

本标准与 GB/T 5195.1—1985 比较,主要变化如下:

- 将标题《氟石化学分析方法 EDTA 容量法测定氟化钙量》改为《萤石 氟化钙含量的测定》;
- 增加了前言、规范性引用文件各章。
- 本标准包括两个方法: EDTA 滴定法测定氟化钙含量,对原 EDTA 滴定法测定氟化钙量分析方法进行修订;蒸馏-电位滴定法测定氟化钙含量,修改采用 ISO 5439: 1978《酸类萤石 有效氟含量测定 蒸馏电位滴定法》(英文版),为新制订的方法。
- EDTA 滴定法与原标准 GB/T 5195.1—1985 比较,将名称“EDTA 容量法”改为“EDTA 滴定法”,并调整了相应的计算公式;
- 蒸馏电位滴定法测定氟含量与 ISO 5439: 1978 比较,主要不同有:
  - 将有效氟含量改为氟化钙含量;
  - 删去原引用标准中“ISO 2362 工业用氟化铝化学分析方法 蒸馏-硝酸钍容量法测定氟量”和“ISO 4282 萤石化学分析方法 重量法测定 105℃质损量”两个引用标准;
  - 采用高氯酸( $\rho$  约 1.67 g/mL)代替原标准中高氯酸( $\rho$  约 1.54 g/mL);
  - 将吡啶酸碱缓冲溶液改为六次甲基四胺酸碱缓冲溶液;
  - 硝酸镧标准滴定溶液的标定从操作步骤中移至试剂中,并增加了计算公式;
  - 试验样品直接改为“样品于玛瑙研钵中研磨并全部通过 0.063 mm 筛孔,并于 105℃±2℃ 干燥 2 h,干燥器中冷却至室温”;
  - 将试料直接称取于蒸馏瓶中,将原标准装置中的小杯部分移至试料量中加注说明;
  - 增加了允许差。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由冶金工业信息标准研究院归口。

本标准起草单位:武汉钢铁(集团)公司。

本标准主要起草人:张穗忠、杨艳、曹宏燕。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:GB/T 5195.1—1985。

$V_0$ ——滴定空白试验消耗硝酸镉标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m_1$ ——氟化钠的质量,单位为克(g)。

#### 4.2.8 缓冲溶液:pH6.5。

溶解 140 g 六次甲基四胺于约 800 mL 水中,用高氯酸(4.2.5)中和至 pH 值为  $6.5 \pm 0.2$ ,用水稀释至 1 000 mL,如需要调节 pH 值至 6.5。

#### 4.2.9 酚酞溶液:5 g/L,用 95%乙醇(体积分数)配制。

#### 4.3 装置

通常的实验室设备以及以气体发生和吸收装置。

4.3.1 蒸馏装置由一个蒸汽发生器、一个蒸馏瓶、一个冷凝管、二个电热套和一个带有继电器的接触温度计组成,如图 1 所示。可控制蒸馏瓶的温度  $135^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 。

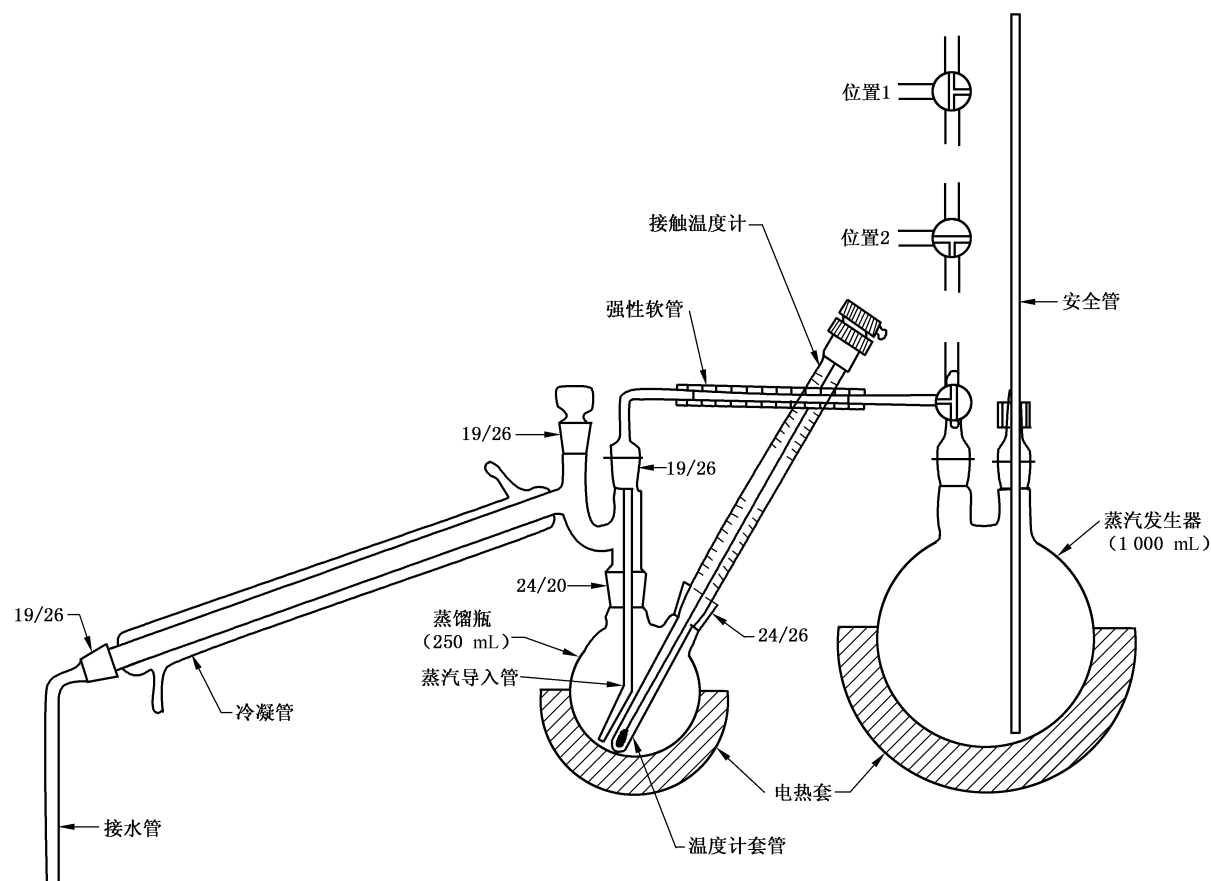


图 1 蒸馏装置

两个电热套的功率分别为:

- 蒸馏瓶所用的功率约为 150 W;
- 蒸汽发生器所用的功率约 500 W。

蒸汽发生器加热套需要有一个功率调节器以调节给出的水蒸气量。

#### 4.3.2 磁力搅拌器。

#### 4.3.3 pH 计:配有玻璃电极和饱和甘汞电极。

#### 4.3.4 滴定管:20 mL,刻度间隔 0.02 mL。

#### 4.3.5 氟离子选择电极。

#### 4.3.6 参比电极,饱和甘汞电极或其他类型电极。

#### 4.3.7 电位计,灵敏度 0.5 mV,覆盖 $-500 \text{ mV} \sim +500 \text{ mV}$ 。利用一组特殊电极,对固定的终点电位

## 萤石 氟化钙含量的测定

**警告:**使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并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

本标准规定了测定萤石中氟化钙含量的方法原理、试剂、装置、试样、分析步骤、分析结果的计算以及允许差。

本标准包括两个方法:EDTA 滴定法,测定范围(质量分数): $w_{\text{CaF}_2} \geq 60\%$ ;蒸馏-电位滴定法,测定范围(质量分数): $w_{\text{CaF}_2} \geq 90\%$ 。

本标准适用于萤石中氟化钙含量的测定。

### 2 规范性引用文件

下列文件的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 5195.2 萤石 碳酸盐含量的测定

### 3 EDTA 滴定法

#### 3.1 原理

试料以盐酸-硼酸-硫酸混合酸加热分解,过滤除去不溶物。分取部分滤液,加氢氧化钾溶液使试液 pH 大于 13,在三乙醇胺存在下,以钙黄绿素-百里香酚酞为指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至绿色荧光消失为终点,减去试料中的碳酸钙量,计算试样中氟化钙的质量分数。

#### 3.2 试剂

##### 3.2.1 无水乙醇。

##### 3.2.2 盐酸-硼酸-硫酸混合酸

取 12.5 g 硼酸于 250 mL 烧杯中,加约 100 mL 水,缓慢加入 25 mL 硫酸( $\rho$  约 1.84 g/mL),加热溶解硼酸。稍冷,移入预先盛有 250 mL 盐酸( $\rho$  约 1.19 g/mL)和 600 mL 水的试剂瓶中,冷却至室温,用水稀释至 1 L。

##### 3.2.3 氢氧化钾溶液:200 g/L。

##### 3.2.4 三乙醇胺:1+2。

##### 3.2.5 混合指示剂

称取 0.20 g 钙黄绿素( $\text{C}_{30}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_{13}$ )、0.12 g 百里香酚酞( $\text{C}_{38}\text{H}_{44}\text{N}_2\text{O}_{12}$ )和 20 g 无水硫酸钾于研钵中研细研匀,移至适当容器中,于  $105^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$  干燥 1 h,冷却。盛于磨口瓶中备用。

##### 3.2.6 氟化钙标准溶液:1.560 1 mg/mL。

称取 1.000 8 g 预先在  $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$  干燥 2 h 并在干燥器中冷却至室温的碳酸钙( $>99.99\%$ )于 250 mL 烧杯中,盖上表面皿,缓慢加入 25 mL 盐酸(1+1),待碳酸钙溶解后,加 100 mL 水,加热至沸,驱尽二氧化碳,冷却至室温。将溶液移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此钙标准溶液 1.00 mL 相当于含 1.560 1 mg 氟化钙。

##### 3.2.7 EDTA 标准滴定溶液:0.015 mol/L。

##### 3.2.7.1 配制