

氟石化学分析方法  
氢氟酸重量法测定二氧化硅量

UDC 549.454  
: 543.21  
: 546.28 - 31  
GB 5195.9 - 85

Methods for chemical analysis of fluorspar  
The gravimetric method for the determination  
of silicon dioxide content

本标准适用于氟石中二氧化硅量的测定。测定范围：1.50 ~ 35.00 %。  
本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

### 1 方法提要

试样以稀乙酸分解，将碳酸钙分离，用氢氟酸处理残渣，二氧化硅则生成四氟化硅挥发，按氢氟酸处理前后的质量差，计算二氧化硅的百分含量。

### 2 试剂

- 2.1 氢氟酸（比重1.15）。
- 2.2 乙酸（10%）。
- 2.3 氢氧化铵（1 + 1）。

### 3 试样

- 3.1 试样应通过240目筛网。
- 3.2 试样需预先在 $105 \pm 1$  °C干燥2 h，置于干燥器中，冷至室温。

### 4 分析步骤

#### 4.1 测定数量

分析时应称取三份试样进行测定，取其平均值。

#### 4.2 试样量

称取0.2500g试样。

#### 4.3 测定

4.3.1 将试样（4.2）置于150 ml烧杯中，加入10ml乙酸（2.2），混匀，盖上市皿，放置30min，每隔10min摇匀一次，然后以慢速定量滤纸过滤，用擦棒将附在烧杯壁上的沉淀擦净，用水洗净烧杯并洗涤沉淀4 ~ 5次。

4.3.2 将沉淀连同滤纸置于洁净的铂坩埚中，先低温灰化，然后移入高温炉中，在650 °C灼烧30min，取出，稍冷，置于干燥器中，冷至室温后称量，并重复灼烧至恒量（ $m_1$ ）。

4.3.3 将铂坩埚中残渣以少量水润湿，加入5 ml氢氟酸（2.1），低温蒸发至干，取下冷却，再加入2 ~ 3 ml氢氟酸（2.1）（如硅量较高可再反复进行一次），蒸至近干时，取下冷却，滴加氢氧化铵（2.3）到微碱性，再低温蒸发至干。置于高温炉中在650 °C灼烧20min，取出，稍冷，置于干燥器中，冷至室温后称量，并重复灼烧至恒量（ $m_2$ ）。