

ICS 73.080  
D 52



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5195.2—2006  
代替 GB/T 5195.2—1985

---

## 萤石 碳酸盐含量的测定

Fluorspar—Determination of carbonate content

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

## 前 言

本标准代替 GB/T 5195.2—1985《氟石化学分析方法 EDTA 滴定法测定碳酸钙量》。

本标准是对 GB/T 5195.2—1985 的修订。

本标准与 GB/T 5195.2—1985 比较,主要变化如下:

——将标题《氟石化学分析方法 EDTA 滴定法测定碳酸钙量》改为《萤石 碳酸盐含量的测定》;

——增加了前言、规范性引用文件各章。

——本标准包括两个方法:EDTA 滴定法测定碳酸盐含量,对原 EDTA 滴定法测定碳酸钙量分析方法进行修订;酸碱滴定法测定碳酸盐含量,修改采用 ISO 4283:1993《各类萤石的测定 碳酸盐含量的测定 滴定法》(英文版),为新制订的方法。

——EDTA 滴定法与原标准 GB/T 5195.2—1985 比较,主要变化如下:

- a) 分析方法作了调整,将原标准用含钙乙酸溶液浸取试料改为用乙酸溶液浸取试料,并用锆-二甲酚橙褪色光度法测定浸取液中的氟量,以对碳酸钙量进行定量校正;
- b) 分析步骤中将原标准煮沸 3 min 浸取试料改为在室温浸取 30 min~40 min;
- c) 分析步骤中增加在浸取液中测定氟量的操作,以校正被乙酸溶液浸取下的氟化钙量;
- d) EDTA 标准滴定溶液的浓度由 0.015 mol/L 改为 0.01 mol/L;
- e) 滴定指示剂由钙黄绿素-百里香酚酞混合指示剂改为钙指示剂;
- f) 调整了相应的计算公式;

——酸碱滴定法修改采用 ISO 4283:1993《各类萤石的测定 碳酸盐含量的测定 滴定法》方法,主要不同有:

- a) 将标题中的“各类萤石”改为“萤石”;
- b) 删去规范性引用文件“试验筛 金属丝编织网、穿孔板和电成型薄板孔的基本尺寸(ISO 565:1990)”和“实验室烧结(多孔)过滤器 孔径、分级和牌号(ISO 4793:80)”;
- c) 增加了盐酸标准滴定溶液和氢氧化钠标准滴定溶液浓度标定的操作;
- d) 将酸碱滴定采用甲基橙或混合指示剂,改为只采用甲基橙作指示剂;
- e) 将原标准 5.2、5.3 的电烘箱删去,其内容包括在通常的实验室设备中;
- f) 将原标准 6 条中的试验样品直接改为“样品于玛瑙研钵中研磨并全部通过 0.063 mm 筛孔,并于  $105 \pm 2^\circ\text{C}$  干燥 2 h,干燥器中冷却至室温。

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、曹宏燕、沈金科、闻向东。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 5195.2—1985。

## 萤石 碳酸盐含量的测定

**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碳酸盐含量的方法原理、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(以碳酸钙表示的质量分数)0.10%~3.00%;酸碱滴定法,测定范围(以碳酸钙表示的质量分数) $\omega_{\text{CaCO}_3} \geq 0.040\%$ 。

本标准适用于萤石中碳酸盐含量的测定。

### 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,其随后所有的修改单(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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

### 3 EDTA 滴定法

#### 3.1 原理

试样用稀乙酸在室温浸取,过滤,分取部分滤液用锆-二甲酚橙褪色光度法测量被浸取下的氟化钙量。剩余滤液用 EDTA 滴定法测定钙量,扣除被浸取下来的氟化钙量,计算碳酸盐(用碳酸钙表示)的质量分数。

#### 3.2 试剂

3.2.1 盐酸:1+1。

3.2.2 乙酸:1+9,以冰乙酸( $\rho$  约 1.05 g/mL)配制。

3.2.3 锆-盐酸溶液

称取 100 mg 氯化锆( $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ )于烧杯中,加 50 mL 盐酸( $\rho$  约 1.19 g/mL),溶解,用水移入 1 000 mL 容量瓶中,加 450 mL 盐酸( $\rho$  约 1.19 g/mL),用水稀释至刻度,混匀。

3.2.4 三乙醇胺:1+1。

3.2.5 氢氧化钾溶液:200 g/L。

3.2.6 硫酸镁溶液:5 g/L。

3.2.7 二甲酚橙溶液:2 g/L。

3.2.8 钙指示剂:0.5 g 钙指示剂与 50 g 干燥的氯化钾研细混匀,贮于磨口瓶中备用。

3.2.9 氟标准溶液

3.2.9.1 氟储备液:1.00 mg/mL。

称取 2.210 0 g 预先于 650℃ 灼烧 1 h 并冷却至室温的氟化钠(>99.9%),以少量水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,贮存于塑料瓶中。

3.2.9.2 氟标准溶液:10.0  $\mu\text{g}$ /mL。

移取 10.00 mL 氟储备液(3.2.9.1)于 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,贮存于塑料瓶中。