

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 ± 1 ℃干燥2h，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150ml烧杯中，加入10ml乙酸（2.2），混匀，盖上表皿，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锅中，先低温灰化，然后移入高温炉中，在650℃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 将铂坩锅中残渣以少量水润湿，加入5ml氢氟酸（2.1），低温蒸发至干，取下冷却，再加入2～3ml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℃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 ）。

5 分析结果的计算

按下式计算二氧化硅的百分含量：

$$\text{SiO}_2 (\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100$$

式中： m_1 ——灰化后残渣连同铂坩埚质量，g；

m_2 ——氢氟酸处理后残渣连同铂坩埚质量，g；

m_0 ——试样量，g。

6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

二氧化硅量	允许差
1.50 ~ 2.00	0.10
> 2.00 ~ 3.00	0.15
> 3.00 ~ 5.00	0.18
> 5.00 ~ 10.00	0.20
> 10.00 ~ 20.00	0.25
> 20.00 ~ 35.00	0.30

附加说明：

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由浙江省萤石矿山公司负责起草。

本标准由浙江省冶金研究所起草。

本标准主要起草人唐进惠。

自本标准实施之日起，原冶金工业部部标准 YB 322—65《萤石化学分析方法》作废。