



中华人民共和国国家标准

GB/T 5195.8—2006

代替 GB/T 5195.8—1985、GB/T 5195.9—1985

萤石 二氧化硅含量的测定

Fluorspar—Determination of silicon dioxide 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 5195.8—1985《氟石化学分析方法 钼蓝分光光度法测定二氧化硅量》和 GB/T 5195.9—1985《氟石化学分析方法 氢氟酸重量法测定二氧化硅量》。

本标准是对 GB/T 5195.8—1985 和 GB/T 5195.9—1985 的修订,与 GB/T 5195.8—1985 和 GB/T 5195.9—1985 比较,主要变化如下:

- 将标题《氟石化学分析方法 钼蓝分光光度法测定二氧化硅量》、《氟石化学分析方法 氢氟酸重量法测定二氧化硅量》改为《萤石 二氧化硅含量的测定》;
- 增加了前言、规范性引用文件;
- 本标准包括三个方法:钼蓝分光光度法是对 GB/T 5195.8—1985 的修订;氢氟酸重量法是对 GB/T 5195.9—1985 的修订;还原型钼蓝分光光度法为新制订的方法,修改采用 ISO 5438:1993《还原型钼蓝光度法测定二氧化硅量》;
- 钼蓝分光光度法与 GB/T 5195.8—1985 比较,主要不同有:
 - a) 在方法提要中将盐酸的浓度由“0.05~0.20 N”改为“0.05 M~0.20 M”;调整酸度由“3 N”改为“3 M”;
 - b) 增加了空白试验,并调整了相应的计算公式;
 - c) 试样测定次数由原“分析时应称取三份试样进行测定取平均值”改为“同一试样,应取两份试料进行测定”;
 - d) 试验样品改为“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”;
- 氢氟酸重量法与 GB/T 5195.9—1985 比较,主要不同有:
 - a) 将原分析方法的测定上限由 35.00%调整到 40.00%;
 - b) 试验样品改为“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”;
试样测定次数由原“分析时应称取三份试样进行测定取平均值”改为“同一试样,应取两份试料进行测定”;
 - c) 增加了空白试验,并调整了相应的计算公式;
- 还原型钼蓝分光光度法与 ISO 5438:1993《还原型钼蓝光度法测定二氧化硅量》比较,增加了方法允许差。

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:宝山钢铁股份有限公司。

本标准主要起草人:刘小平、朱莉、王伟敏、徐元财。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 5195.8—1985、GB/T 5195.9—1985。

萤石 二氧化硅含量的测定

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二氧化硅含量方法的原理、试剂、试样、分析步骤、结果计算及允许差。

本标准包括三个方法:钼蓝分光光度法,测定范围(质量分数):0.10%~2.00%;重量法,测定范围(质量分数):1.50%~40.00%;还原型钼蓝分光光度法,测定范围(质量分数):0.05%~4.00%。

本标准适用于萤石中二氧化硅含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中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 2008 散装氟石取样、制样方法(GB/T 2008—1987, neq ISO 3081:1986)

3 钼蓝分光光度法

3.1 原理

试样以碳酸钠-硼酸熔融,以稀盐酸浸取,在 0.05 M~0.20 M 酸度下,使硅酸与钼酸铵生成黄色硅钼杂多酸,加入乙醇以提高方法的灵敏度和稳定性。调整酸度为 3 M 以消除磷、砷的干扰,用抗坏血酸将硅钼黄还原成硅钼蓝。于波长 700 nm 处测量吸光度。

3.2 试剂和材料

分析中除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

3.2.1 无水碳酸钠与四硼酸钠:1+1。

3.2.2 乙醇。

3.2.3 盐酸:1+1。

3.2.4 盐酸:16+84。

3.2.5 钼酸铵溶液:100 g/L。

3.2.6 抗坏血酸溶液:10 g/L,用时现配。

3.2.7 高锰酸钾溶液:10 g/L。

3.2.8 二氧化硅标准溶液:称取 0.200 0 g 预先在 1 050℃灼烧 5 min 并置于干燥器中冷至室温的二氧化硅(基准试剂)置于铂坩埚中,用 2.0 g 碳酸钠(基准试剂)混匀,再覆盖 1.0 g。盖上坩埚盖并稍留缝隙,置于高温炉中,由低温升至 950℃后熔融 30 min,取出,冷至室温。将坩埚放入 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 100 mL 水,加热至微沸,待熔块完全溶解后用水洗出坩埚及盖,迅速转入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。再迅速转入干燥的聚乙烯瓶中。

3.3 试样

3.3.1 按照 GB/T 2008 制备试样。

3.3.2 试样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。

3.4 分析步骤

3.4.1 测定次数

对同一试样,应称取两份试料进行测定。