



中华人民共和国国家标准

GB/T 5195.1—2017
代替 GB/T 5195.1—2006

萤石 氟化钙含量的测定 EDTA 滴定法和蒸馏-电位滴定法

Fluorspar—Determination of calcium fluoride content—
EDTA titration method and distillation-potentiometric titration method

2017-09-07 发布

2018-06-01 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

GB/T 5195 分为 16 个部分：

- 第 1 部分：萤石 氟化钙含量的测定 EDTA 滴定法和蒸馏-电位滴定法；
- 第 2 部分：萤石 碳酸盐含量的测定；
- 第 3 部分：萤石 105℃质损量的测定 重量法；
- 第 4 部分：萤石 硫化物含量的测定 碘量法；
- 第 5 部分：萤石 总硫含量的测定 管式炉燃烧-碘酸钾滴定法；
- 第 6 部分：萤石 磷含量的测定 分光光度法；
- 第 7 部分：萤石 锌含量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：萤石 二氧化硅含量的测定；
- 第 9 部分：萤石 灼烧减量的测定 重量法；
- 第 10 部分：萤石 铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 11 部分：萤石 锰含量的测定 高碘酸盐分光光度法；
- 第 12 部分：萤石 砷含量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 13 部分：萤石 铝含量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 14 部分：萤石 镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：萤石 钙、铝、硅、磷、硫、钾、铁、钡、铅含量的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法；
- 第 16 部分：萤石 硅、铝、铁、钾、镁和钛含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 5195 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 5195.1—2006《萤石 氟化钙含量的测定》。本部分中与 GB/T 5195.1—2006 相比，主要技术变化如下：

- 将分析方法原理进行了更改，由“用 EDTA 标准滴定溶液滴定至绿色荧光消失为终点，减去试样中的碳酸钙量，计算试样中氟化钙的质量分数”改为“分取部分滤液于 pH 大于 12.5 的条件下，用 EDTA 标准滴定溶液滴定钙，计算氟化钙的质量分数”（见 3.1，2006 年版的 3.1）；
- 相关试剂及分析步骤也做了相应改变（见 3.2 和 3.5，2006 年版的 3.2 和 3.4）；
- 进行了实验室间精密度共同试验，用统计得到的重复性限 r 和再现性限 R 代替了“允许差”（见 3.6.2 和 4.6.2，2006 年版的 3.6 和 4.7）；
- 增加了附录 A“共同试验原始数据”和附录 B“试样分析结果接受程序流程图”（见附录 A 和附录 B）。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国钢标准化技术委员会(SAC/TC 183)归口。

本部分起草单位：武汉钢铁(集团)公司、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：周郑、闻向东、陈士华、张穗忠、吴立新、杨艳、张进莺、文斌、郑凤、卢春生。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 5195.1—1985、GB/T 5195.1—2006。

萤石 氟化钙含量的测定

EDTA 滴定法和蒸馏-电位滴定法

警告——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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

GB/T 5195 的本部分规定了用 EDTA 滴定法和蒸馏-电位滴定法测定氟化钙含量的方法。

本部分适用于萤石中氟化钙含量的测定。EDTA 滴定法,测定范围(质量分数): $\geq 60\%$;蒸馏-电位滴定法,测定范围(质量分数): $\geq 90\%$ 。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法的重复性和再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

GB/T 22564 萤石 取样和制样

3 EDTA 滴定法

3.1 原理

试料以含钙的稀乙酸浸取,过滤,通过下列两种方法之一进行分解:

- a) 经含钙乙酸浸取试料分离碳酸钙后的不溶物灼烧后以碳酸钠-硼酸混合熔剂熔融,以盐酸-硼酸混合酸浸取分解,定容。
- b) 经含钙乙酸浸取试料分离碳酸钙后的不溶物以盐酸-硼酸-硫酸混合酸加热分解,定容,过滤除去不溶物。

分取部分滤液于 pH 大于 12.5 的条件下,用 EDTA 标准滴定溶液滴定钙,计算氟化钙的质量分数。

3.2 试剂

分析中除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级以上蒸馏水或其纯度相当的水。