

ICS 91.100.10  
Q 27  
备案号:12758—2003

JC

# 中华人民共和国建材行业标准

JC/T 911—2003

## 建材用萤石化学分析方法

Methods for chemical analysis of fluorspar for building materials industry

2003-09-20 发布

2003-12-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

## 前 言

本标准参考 ISO 680 : 1990E 《水泥试验方法—化学分析》和 GB 5195—1985 《氟石化学分析方法》有关内容进行制定的。

本标准结合我国建材行业的化学分析现状，将萤石主成分氟化钙的测定分为“标准法”和“代用法”并分别列章，便于在实际中选择应用。在有争议时，以标准法为准。

本标准在附录中提供烧失量的测定方法，供水泥企业配料时采用。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由全国水泥标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：中国建筑材料科学研究院水泥科学与新型建筑材料研究所。

本标准主要起草人：王欣然、黄小楼、辛志军、郑朝华、王团云、王瑞海。

本标准首次发布。

本标准委托中国建筑材料科学研究院水泥科学与新型建筑材料研究所负责解释。

目 次

前言 ..... ( I )

1、范围 ..... (1)

2、规范性引用文件 ..... (1)

3、试验的基本要求 ..... (1)

4、试剂和材料 ..... (1)

5、仪器与设备 ..... (5)

6、试样的制备 ..... (5)

7、氧化钙的测定（标准法） ..... (5)

8、氟化钙的测定（标准法） ..... (6)

9、三氧化二铁的测定（标准法） ..... (6)

10、三氧化二铝的测定（标准法） ..... (7)

11、氧化镁的测定（标准法） ..... (7)

12、二氧化硅的测定（标准法） ..... (8)

13、氧化钾和氧化钠的测定（标准法） ..... (9)

14、氟化钙的测定（代用法） ..... (9)

附录 A：烧失量的测定（资料性附录） ..... (11)

## 建材用萤石化学分析方法

### 1 范围

本标准规定了建材用萤石化学分析方法。本标准适用于建材用萤石的化学分析。

### 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 176—1996 水泥化学分析方法

GB/T 2007.1—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工取样

### 3 试验的基本要求

#### 3.1 试验次数与要求

每项测定的试验次数规定为两次。用两次试验平均值表示测定结果。

分析前试样应于 105℃~110℃烘 2 小时 (h)，然后贮存于干燥器中，冷却至室温后称样。

在进行化学分析时，除烧失量的测定外，其他各项测定应同时进行空白试验，并对所测结果加以校正。

#### 3.2 质量、体积、体积比、滴定度和结果的表示

用“克”(g)表示质量，精确至 0.0001g。滴定管体积用“毫升”(mL)表示，精确至 0.05mL。滴定度单位用毫克/毫升 (mg/mL) 表示；溶液的体积比以三次测定平均值表示，滴定度和体积比经修约后保留有效数字四位。各项分析结果均以百分数计，表示至小数二位。

#### 3.3 允许差

本标准所列允许差均为绝对偏差，用百分数表示。

同一试验室的允许差是指：同一分析试验室同一分析人员（或两个分析人员），采用本标准方法分析同一试样时，两次分析结果应符合允许差规定。如超出允许范围，应在短时间内进行第三次测定（或第三者的测定），测定结果与前两次或任一次分析结果之差值符合允许差规定时，则取其平均值，否则，应查找原因，重新按上述规定进行分析。

不同试验室的允许差是指：两个试验室采用本标准方法对同一试样各自进行分析时，所得分析结果的平均值之差应符合允许差规定。如有争议应商定另一单位按本标准进行仲裁分析。以仲裁单位报出的结果为准，与原分析结果比较，若两个分析结果之差值符合允许差规定，则认为原分析结果无误。

### 4 试剂和材料

分析过程中，只应使用蒸馏水或同等纯度的水；所用试剂应为分析纯或优级纯试剂。用于标定与配制标准溶液的试剂，除另有说明外应为基准试剂。所用酸或氨水，凡未注浓度者均指市售的浓酸或浓氨水。

4.1 盐酸 (HCl)：1.18g/cm<sup>3</sup>~1.19g/cm<sup>3</sup> 或 36%~38%。

4.2 氢氟酸 (HF)：1.13g/cm<sup>3</sup> 或 40%。

- 4.3 硝酸 ( $\text{HNO}_3$ ):  $1.39\text{g}/\text{cm}^3 \sim 1.41\text{g}/\text{cm}^3$  或  $65\% \sim 68\%$ 。
- 4.4 硫酸 ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ):  $1.84\text{g}/\text{cm}^3$  或  $95\% \sim 98\%$ 。
- 4.5 冰乙酸 ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ):  $1.049\text{g}/\text{cm}^3$  或  $99.8\%$ 。
- 4.6 氨水 ( $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ):  $0.90\text{g}/\text{cm}^3 \sim 0.91\text{g}/\text{cm}^3$  或  $25\% \sim 28\%$ 。
- 4.7 盐酸 (1+1); (1+5)。
- 4.8 硫酸 (1+1)。
- 4.9 乙酸 (1+9)。
- 4.10 氨水 (1+1)。
- 4.11 乙醇 ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ): 无水或  $95\% (\text{V}/\text{V})$ 。
- 4.12 氢氧化钠 ( $\text{NaOH}$ )。
- 4.13 氢氧化钾溶液 ( $200\text{g}/\text{L}$ ): 将  $200\text{g}$  氢氧化钾 ( $\text{KOH}$ ) 溶于水中, 加水稀释至  $1\text{L}$ 。贮存于塑料瓶中。
- 4.14 含钙乙酸溶液:

称取  $1.5\text{g}$  碳酸钙 ( $\text{CaCO}_3$ ), 置于  $400\text{mL}$  烧杯中, 盖上表面皿, 加入  $150\text{mL}$  乙酸溶液 (1+9), 加热至沸腾, 驱尽二氧化碳, 冷至室温, 再用乙酸溶液 (1+9) 稀释至  $500\text{mL}$ , 摇匀。

- 4.15 碳酸铵溶液 ( $100\text{g}/\text{L}$ ): 将  $10\text{g}$  碳酸铵 [ $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ ] 溶解于  $100\text{mL}$  水中。用时现配。
- 4.16 EDTA—Cu 溶液: 按 EDTA 标准滴定溶液 [ $c(\text{EDTA}) = 0.015\text{mol}/\text{L}$ ] (见 4.29) 与硫酸铜标准滴定溶液 [ $c(\text{CuSO}_4) = 0.015\text{mol}/\text{L}$ ] (4.30) 的体积比 (4.30.2), 准确配制成等浓度的混合溶液。
- 4.17 pH3.0 的缓冲溶液: 将  $3.2\text{g}$  无水乙酸钠 ( $\text{CH}_3\text{COONa}$ ) 溶于水中, 加  $120\text{mL}$  冰乙酸 ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ), 用水稀释至  $1\text{L}$ , 摇匀。
- 4.18 pH4.3 的缓冲溶液: 将  $42.3\text{g}$  无水乙酸钠 ( $\text{CH}_3\text{COONa}$ ) 溶于水中, 加  $80\text{mL}$  冰乙酸 ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ), 用水稀释至  $1\text{L}$ , 摇匀。
- 4.19 pH10 的缓冲溶液: 将  $67.5\text{g}$  氯化铵 ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) 溶于水中, 加  $570\text{mL}$  氨水 ( $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ), 用水稀释至  $1\text{L}$ , 摇匀。
- 4.20 三乙醇胺 [ $\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_3$ ]: (1+2)。
- 4.21 酒石酸钾钠溶液 ( $100\text{g}/\text{L}$ ): 将  $100\text{g}$  酒石酸钾钠 ( $\text{C}_4\text{H}_4\text{KNaO}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) 溶于水中, 稀释至  $1\text{L}$ 。
- 4.22 氯化钾 ( $\text{KCl}$ ): 颗粒粗大时, 应研细后使用。
- 4.23 氟化钾溶液 ( $150\text{g}/\text{L}$ ): 称取  $150\text{g}$  氟化钾 ( $\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) 于塑料杯中, 加水溶解后, 用水稀释至  $1\text{L}$ , 贮存于塑料瓶中。
- 4.24 氯化钾溶液 ( $50\text{g}/\text{L}$ ): 称取  $50\text{g}$  氯化钾 ( $\text{KCl}$ ) 溶于水中, 用水稀释至  $1\text{L}$ 。
- 4.25 氯化钾—乙醇溶液 ( $50\text{g}/\text{L}$ ): 将  $5\text{g}$  氯化钾 ( $\text{KCl}$ ) 溶于  $50\text{mL}$  水中, 加入  $50\text{mL}$   $95\% (\text{V}/\text{V})$  乙醇 ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ), 混匀。
- 4.26 混合酸:

称取  $12.5\text{g}$  硼酸 ( $\text{HBO}_3$ ), 置于  $1000\text{mL}$  烧杯中, 加入约  $100\text{mL}$  水, 徐徐加入  $25\text{mL}$  硫酸, 加热使其溶解, 稍冷再加入  $250\text{mL}$  盐酸, 用水稀释至  $1000\text{mL}$ 。

- 4.27 氧化钾 ( $\text{K}_2\text{O}$ ), 氧化钠 ( $\text{Na}_2\text{O}$ ) 标准溶液。

#### 4.27.1 氧化钾, 氧化钠标准溶液的配制

称取  $0.792\text{g}$  已于  $130^\circ\text{C} \sim 150^\circ\text{C}$  烘过  $2\text{h}$  的氯化钾 ( $\text{KCl}$ ) 及  $0.943\text{g}$  已于  $130^\circ\text{C} \sim 150^\circ\text{C}$  烘过  $2\text{h}$  的氯化钠 ( $\text{NaCl}$ ), 精确至  $0.0001\text{g}$ , 置于  $300\text{mL}$  烧杯中, 加水完全溶解后, 移入  $1000\text{mL}$  容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。贮存于塑料瓶中。此标准溶液每毫升相当于  $0.5\text{mg}$  氧化钾及  $0.5\text{mg}$  氧化钠。

#### 4.27.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升含有  $0.5\text{mg}$  氧化钾及  $0.5\text{mg}$  氧化钠的标准溶液  $0; 1.00; 2.00; 4.00; 6.00; 8.00$ ;

10.00; 12.00mL, 分别放入 100mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。将火焰光度计调节至最佳工作状态, 按仪器使用规程进行测定。用测得的检流计读数作为相对应的氧化钾和氧化钠含量的函数, 绘制工作曲线。

#### 4.28 碳酸钙标准溶液 [ $c(\text{CaCO}_3) = 0.024\text{mol/L}$ ]

称取 0.6g ( $m_1$ ) 已于  $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$  烘过 2h 的碳酸钙 ( $\text{CaCO}_3$ ), 精确至 0.0001g, 置于 400mL 烧杯中, 加入约 100mL 水, 盖上表面皿, 沿杯口滴加盐酸 (1+1) 至碳酸钙全部溶解, 加热煮沸数分钟。将溶液冷却至室温, 移入 250mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。

#### 4.29 EDTA 标准滴定溶液 [ $c(\text{EDTA}) = 0.015\text{mol/L}$ ]

##### 4.29.1 标准滴定溶液的配制

称取约 5.6g EDTA (乙二胺四乙酸二钠盐) 置于烧杯中, 加入约 200mL 水, 加热溶解, 过滤, 用水稀释至 1L, 摇匀。

##### 4.29.2 EDTA 标准滴定溶液浓度的标定

吸取 25.00mL 碳酸钙标准溶液 (4.28) 于 400mL 烧杯中, 加入约 200mL 水, 加入适量的 CMP 混合指示剂 (4.35), 在搅拌下加入氢氧化钾溶液 (4.13) 至出现绿色荧光后再过量 2mL~3mL, 以 EDTA 标准滴定溶液滴定至绿色荧光消失并呈现红色。

EDTA 标准滴定溶液的浓度按式 (1) 计算:

$$c(\text{EDTA}) = \frac{m_1 \times 25 \times 1000}{250 \times V_1 \times 100.09} = \frac{m_1}{V_1} \times \frac{1}{1.0009} \quad (1)$$

式中:  $c(\text{EDTA})$  —— EDTA 标准滴定溶液的浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);

$V_1$  —— 滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

$m_1$  —— 按 4.28 配制碳酸钙标准溶液的碳酸钙的质量, 单位为克 (g);

100.09 ——  $\text{CaCO}_3$  的摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol)。

##### 4.29.3 EDTA 标准滴定溶液对各化学成分滴定度的计算

EDTA 标准滴定溶液对三氧化二铁、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁、氟化钙的滴定度分别按式 (2)、(3)、(4)、(5)、(6) 计算:

$$T_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = c(\text{EDTA}) \times 79.84 \quad (2)$$

$$T_{\text{Al}_2\text{O}_3} = c(\text{EDTA}) \times 50.98 \quad (3)$$

$$T_{\text{CaO}} = c(\text{EDTA}) \times 56.08 \quad (4)$$

$$T_{\text{MgO}} = c(\text{EDTA}) \times 40.31 \quad (5)$$

$$T_{\text{CaF}_2} = c(\text{EDTA}) \times 78.08 \quad (6)$$

式中:  $T_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$  —— 每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于三氧化二铁的毫克数, 单位为毫克每毫升 (mg/mL);

$T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$  —— 每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于三氧化二铝的毫克数, 单位为毫克每毫升 (mg/mL);

$T_{\text{CaO}}$  —— 每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于氧化钙的毫克数, 单位为毫克每毫升 (mg/mL);

$T_{\text{MgO}}$  —— 每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于氧化镁的毫克数, 单位为毫克每毫升 (mg/mL);

$T_{\text{CaF}_2}$  —— 每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于氟化钙的毫克数, 单位为毫克每毫升 (mg/mL);

$c(\text{EDTA})$  —— EDTA 标准滴定溶液的浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);

79.84 ——  $(1/2\text{Fe}_2\text{O}_3)$  的摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol);

50.98 ——  $(1/2\text{Al}_2\text{O}_3)$  的摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol);

56.08 ——  $\text{CaO}$  的摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol);

40.31 ——  $\text{MgO}$  的摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol);

78.08 ——  $\text{CaF}_2$  的摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol)。

#### 4.30 硫酸铜标准滴定溶液 [ $c(\text{CuSO}_4) = 0.015 \text{ (mol/L)}$ ]

## 4.30.1 标准滴定溶液的配制。

称取约 3.7g 硫酸铜 ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )，置于 400mL 烧杯中，加入约 200mL 水，使之溶解，再加 4~5 滴硫酸 (1+1)，用水稀释至 1L，摇匀。

## 4.30.2 EDTA 标准滴定溶液与硫酸铜标准滴定溶液体积比的标定

从滴定管中缓慢放出 10mL~15mL EDTA 标准滴定溶液 [ $c(\text{EDTA}) = 0.015\text{mol/L}$ ] (4.29) 于 400mL 烧杯中，用水稀释至约 150mL，加 15mL pH4.3 的缓冲溶液 (见 4.18)，加热煮沸，取下稍冷，加 5~6 滴 PAN 指示剂溶液 (见 4.32)，以硫酸铜标准滴定溶液滴定至亮紫色。

EDTA 标准滴定溶液与硫酸铜标准滴定溶液的体积比按式 (7) 计算：

$$K = \frac{V_2}{V_3} \dots\dots\dots (7)$$

式中：K——每毫升硫酸铜标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的毫升数；

$V_2$ ——EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

$V_3$ ——滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)。

4.31 氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(\text{NaOH}) = 0.15\text{mol/L}$ ]

## 4.31.1 标准滴定溶液的配制

将 60g 氢氧化钠 ( $\text{NaOH}$ ) 溶于 10L 水中，充分摇匀，贮存于带胶塞 (装有钠石灰干燥管) 的硬质玻璃瓶或塑料瓶内。

## 4.31.2 氢氧化钠标准滴定溶液浓度的标定

称取约 0.8g ( $m_2$ ) 苯二甲酸氢钾 ( $\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$ )，精确至 0.0001g，置于 400mL 烧杯中，加入约 150mL 新煮沸过的已用氢氧化钠溶液中和至酚酞呈微红色的冷水，搅拌使其溶解，加入 6~7 滴酚酞指示剂溶液 (4.37)。用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色。

氢氧化钠标准滴定溶液的浓度按式 (8) 计算：

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m_2 \times 1000}{V_4 \times 204.2} \dots\dots\dots (8)$$

式中： $c(\text{NaOH})$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

$V_4$ ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

$m_2$ ——苯二甲酸氢钾的质量，单位为克 (g)；

204.2——苯二甲酸氢钾的摩尔质量，单位为克每摩尔 (g/mol)。

## 4.31.3 氢氧化钠标准滴定溶液对二氧化硅的滴定度按式 (9) 计算：

$$T_{\text{SiO}_2} = c(\text{NaOH}) \times 15.02 \dots\dots\dots (9)$$

式中： $T_{\text{SiO}_2}$ ——每毫升氢氧化钠标准滴定溶液相当于二氧化硅的毫克数，单位为毫克每毫升 (mg/mL)；

$c(\text{NaOH})$ ——NaOH 标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

15.02—— $(1/4\text{SiO}_2)$  的摩尔质量，单位为克每摩尔 (g/mol)。

4.32 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚 (PAN) 指示剂溶液 (2g/L)：将 0.2g PAN 溶于 100mL 95% (V/V) 乙醇 ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ) 中。4.33 甲基红指示剂溶液 (2g/L)：将 0.2g 甲基红溶于 100mL 95% (V/V) 乙醇 ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ) 中。4.34 磺基水杨酸钠指示剂溶液：将 10g 磺基水杨酸钠 ( $\text{C}_7\text{H}_5\text{O}_6\text{SNa} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) 溶于水中；加水稀释至 100mL。4.35 钙黄绿素—甲基百里香酚蓝—酚酞混合指示剂 (简称 CMP 混合指示剂)：称取 1.000g 钙黄绿素、1.000g 甲基百里香酚蓝、0.200g 酚酞与 50g 已在 105℃ 烘干过的硝酸钾 ( $\text{KNO}_3$ ) 混合研细，保存在磨口瓶中。4.36 酸性铬蓝 K—萘酚绿 B 混合指示剂：称取 1.000g 酸性铬蓝 K、2.500g 萘酚绿 B 与 50g 已在 105℃ 烘干过的硝酸钾 ( $\text{KNO}_3$ ) 混合研细，保存在磨口瓶中。

4.37 酚酞指示剂溶液：将 1g 酚酞溶于 100mL 95% (V/V) 乙醇 (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH) 中。

4.38 溴酚蓝指示剂溶液：将 0.2g 溴酚蓝溶于 100mL 乙醇 (1+4) 中。

## 5 仪器与设备

5.1 天平：不应低于四级，精确至 0.0001g。

5.2 银、瓷坩埚：带盖，容量 15mL~30mL。

5.3 铂皿：容量 50mL~100mL。

5.4 马弗炉：隔焰加热炉，在炉膛外围进行电阻加热。应使用温度控制器，准确控制炉温，并定期进行校验。

5.5 滤纸：无灰的快速、中速、慢速三种型号滤纸。

5.6 玻璃容量器皿：滴定管、容量瓶、移液管。

5.7 火焰光度计：带有 768nm 和 589nm 的干涉滤光片。

## 6 试样的制备

试样必须具有代表性和均匀性。取样按 GB/T 2007.1—1987 进行。由试验室样品缩分后的试样不得少于 100g，试样通过 0.08mm 方孔筛时的筛余不应超过 15%。再以四分法或缩分器将试样缩减至约 25g，然后研磨至全部通过孔径为 0.08mm 方孔筛。充分混匀后，装入试样瓶中，供分析用。其余作为原样保存备用。

## 7 氧化钙的测定 (标准法)

### 7.1 方法提要

试样用含定量钙的乙酸溶液处理，使碳酸钙和硫酸钙溶解，经过滤分离后，溶液加氢氧化钾溶液使 pH 值至 13 以上，以三乙醇胺为掩蔽剂，用 CMP 混合指示剂，用 EDTA 标准滴定溶液滴定，此为碳酸钙和硫酸钙中氧化钙的含量。

### 7.2 分析步骤

准确称取约 0.25g 试样 ( $m_3$ )，精确至 0.0001g，置于 100mL 烧杯中，加入 1mL 乙醇 (见 4.11) 润湿，准确加入 10.00mL 含钙乙酸溶液 (见 4.14)。盖上表面皿，摇动烧杯，使其分散。加热沸腾 3min，保温 2min，立即用慢速滤纸过滤于 300mL 烧杯中，用温水冲洗烧杯和不溶渣 4 次，洗涤至溶液总体积 40mL~50mL，滤液供测定氧化钙用，弃去滤纸和不溶渣。

将烧杯中的溶液以水稀释至约 250mL，加入 5mL 三乙醇胺 (1+2) 及适量的 CMP 混合指示剂 (见 4.35)。在搅拌下加入氢氧化钾溶液 (见 4.13)，至出现绿色荧光后再过量 5mL~8mL，用 EDTA 标准滴定溶液 (见 4.29) 滴定至绿色荧光消失并呈现红色。

随同试样做两份空白实验，取其平均值。若两份空白溶液所消耗的 EDTA 标准滴定溶液的差值大于 0.10mL，需进行第三次空白实验。

### 7.3 结果表示

氧化钙的质量分数  $X_{CaO}$  按式 (10) 计算：

$$X_{CaO} = \frac{T_{CaO} \times (V_5 - V_6)}{m_3 \times 1000} \times 100 = \frac{T_{CaO} \times (V_5 - V_6)}{m_3 \times 10} \dots\dots\dots (10)$$

式中： $X_{CaO}$ ——氧化钙的质量分数，%；

$T_{CaO}$ ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于氧化钙的毫克数，单位为毫克每毫升 (mg/mL)；

$V_5$ ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

$V_6$ ——滴定随同试样所做二份空白试验消耗的 EDTA 标准滴定溶液的平均值，单位为毫升 (mL)；

$m_3$ ——试料的质量，单位为克 (g)。

## 7.4 允许差

同一试验室的允许差为：0.20%；

不同试验室的允许差为：0.25%。

## 8 氟化钙的测定（标准法）

## 8.1 方法提要

试样以氢氟酸—硫酸混合酸蒸发处理，溶解过滤后，滤液加氢氧化钾溶液使 pH 值为 13 以上，以三乙醇胺为掩蔽剂，用 CMP 混合指示剂，用 EDTA 标准滴定溶液滴定总钙量，差减氧化钙的量，计算氟化钙的质量分数。

## 8.2 分析步骤

准确称取约 0.5g 试样 ( $m_1$ )，精确至 0.0001g，置于铂皿中，加入 2mL 硫酸 (1+1) 及 5mL 氢氟酸，置于低温电炉上加热至三氧化硫白烟出现，近干时摇动铂皿，以防溅失。然后再加入 2mL 硫酸 (1+1)，重新慢慢蒸发至三氧化硫白烟基本冒尽。加入 30mL HCl (1+1)，加热 10min，将不溶渣用热水洗入 400mL 烧杯中，仔细用胶头擦棒擦洗净铂皿，加水稀释至约 150mL，然后将溶液加热煮沸 10min~15min，再加入 50mL 水，加热搅拌使不溶渣溶解。稍冷后，用中速滤纸过滤于 250mL 容量瓶中，用热水洗涤 8~10 次。冷却至室温后，加水稀释至标线，摇匀。弃去滤纸和不溶渣（不溶渣一般含有少量钡、铅的硫酸盐，可忽略不计）。此溶液供测定氟化钙、三氧化二铁 (9.2)、三氧化二铝 (10.2)、氧化镁 (11.2) 用。

吸取 25.00mL 试验溶液，放入 400mL 烧杯中，用水稀释至 250mL，加入 5mL 三乙醇胺 (1+2)，及适量 CMP 混合指示剂（见 4.35），在搅拌下加入氢氧化钾溶液（见 4.13），至出现绿色荧光后过量 5mL~8mL，用 EDTA 标准滴定溶液（见 4.29）滴定至绿色荧光消失，并呈现红色。

## 8.3 结果表示

氟化钙的质量分数  $X_{\text{CaF}_2}$  按式 (11) 计算：

$$X_{\text{CaF}_2} = \frac{T_{\text{CaF}_2} \times V_1 \times 10}{m_1 \times 1000} \times 100 - X_{\text{CaO}} \times 1.3923$$

$$= \frac{T_{\text{CaF}_2} \times V_1}{m_1} - X_{\text{CaO}} \times 1.3923 \dots\dots\dots (11)$$

式中： $X_{\text{CaF}_2}$ ——氟化钙的质量分数，%；

$T_{\text{CaF}_2}$ ——EDTA 标准滴定溶液对氟化钙的滴定度，单位为毫克每毫升 (mg/mL)；

$V_1$ ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

$m_1$ ——试料的质量，单位为克 (g)；

$X_{\text{CaO}}$ ——试样中氧化钙的质量分数（见 7.3），%；

1.3923——氧化钙对氟化钙的换算系数；

10——全部试验溶液与分取试验溶液的体积比。

## 8.4 允许差

同一试验室的允许差为：0.30%；

不同试验室的允许差为：0.40%。

## 9 三氧化二铁的测定（标准法）

## 9.1 方法提要

在 pH1.8~pH2.0、温度为 60℃~70℃ 的溶液中，以磺基水杨酸钠为指示剂，用 EDTA 标准滴定溶液滴定。

## 9.2 分析步骤

从 8.2 试验溶液中, 吸取 50.00mL 溶液放入 300mL 烧杯中, 加水稀释至约 100mL, 用氨水 (1+1) 和盐酸 (1+1) 调节溶液 pH 值在 1.8~2.0 之间 (用精密 pH 试纸检验)。将溶液加热至 70℃, 加 10 滴磺基水杨酸钠指示剂溶液 (见 4.34), 以 EDTA 标准滴定溶液 (见 4.29) 缓慢地滴定至亮黄色 (终点时溶液温度应不低于 60℃)。保留此溶液供测定三氧化二铝 (10.2) 用。

## 9.3 结果表示

三氧化二铁的质量分数  $X_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$  按式 (12) 计算:

$$X_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = \frac{T_{\text{Fe}_2\text{O}_3} \times V_8 \times 5}{m_4 \times 1000} \times 100 = \frac{T_{\text{Fe}_2\text{O}_3} \times V_8 \times 0.5}{m_4} \dots\dots\dots (12)$$

式中:  $X_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ ——三氧化二铁的质量分数, %;

$T_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于三氧化二铁的毫克数, 单位为毫克每毫升 (mg/mL);

$V_8$ ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

$m_4$ ——8.2 中试料的质量, 单位为克 (g);

5——全部试验溶液与分取试验溶液的体积比。

## 9.4 允许差

同一试验室的允许差为: 0.15%;

不同试验室的允许差为: 0.20%。

# 10 三氧化二铝的测定 (标准法)

## 10.1 方法提要

于滴定铁后的溶液中, 调整 pH 至 3.0, 在煮沸下以 EDTA—Cu 和 PAN 为指示剂, 用 EDTA 标准滴定溶液滴定。

## 10.2 分析步骤

向 9.2 中测完铁的溶液中加入水稀释至约 200mL, 加入 1~2 滴溴酚蓝指示剂 (见 4.38), 滴加氨水 (1+1) 至溶液出现蓝紫色, 再滴加盐酸 (1+1) 至溶液出现黄色。加入 15mL pH3.0 的缓冲溶液 (见 4.17), 加热煮沸并保持 1min, 加入 10 滴 EDTA—Cu 溶液 (见 4.16) 及 2~3 滴 PAN 指示剂溶液 (见 4.26), 用 EDTA 标准滴定溶液 (见 4.29) 滴定至红色消失。继续煮沸, 滴定, 直至溶液经煮沸后, 红色不再出现, 呈稳定的亮黄色为止。

## 10.3 结果表示

三氧化二铝的质量分数  $X_{\text{Al}_2\text{O}_3}$  按式 (13) 计算:

$$X_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{T_{\text{Al}_2\text{O}_3} \times V_9 \times 5}{m_4 \times 1000} \times 100 = \frac{T_{\text{Al}_2\text{O}_3} \times V_9 \times 0.5}{m_4} \dots\dots\dots (13)$$

式中:  $X_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——三氧化二铝的质量分数, %;

$T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于三氧化二铝的毫克数, 单位为毫克每毫升 (mg/mL);

$V_9$ ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

$m_4$ ——8.2 中试料的质量, 单位为克 (g);

5——全部试验溶液与分取试验溶液的体积比。

## 10.4 允许差

同一试验室的允许差为: 0.20%;

不同试验室的允许差为: 0.25%。

# 11 氧化镁的测定 (标准法)

## 11.1 方法提要

在 pH10 的溶液中,以三乙醇胺、酒石酸钾钠为掩蔽剂,用酸性铬蓝 K—萘酚绿 B 混合指示剂,以 EDTA 标准滴定溶液滴定。

### 11.2 分析步骤

从 8.2 试验溶液中吸取 25.00mL 溶液放入 400mL 烧杯中,加水稀释至约 200mL,依次加入 1mL 酒石酸钾钠(见 4.21)和 5mL 三乙醇胺(1+2),搅拌。然后加入 25mL pH10 缓冲溶液(见 4.19)及适量的酸性铬蓝 K—萘酚绿 B 混合指示剂(见 4.36),以 EDTA 标准滴定溶液(见 4.29)滴定,近终点时应缓慢滴定至纯蓝色。

### 11.3 结果表示

氧化镁的质量分数  $X_{MgO}$  按式 (14) 计算:

$$X_{MgO} = \frac{T_{MgO} \times (V_{10} - V_7) \times 10}{m_1 \times 1000} \times 100 = \frac{T_{MgO} \times (V_{10} - V_7)}{m_1} \dots\dots\dots (14)$$

式中:  $X_{MgO}$ ——氧化镁的质量分数, %;

$T_{MgO}$ ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于氧化镁的毫克数,单位为毫克每毫升 (mg/mL);

$V_7$ ——按 8.2 测定氟化钙时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升 (mL);

$V_{10}$ ——滴定钙、镁总量时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积 (8.2),单位为毫升 (mL);

$m_1$ ——8.2 中试料的质量,单位为克 (g);

10——全部试验溶液与分取试验溶液的体积比。

### 11.4 允许差

同一试验室的允许差为:含量 < 2% 时, 0.15%;

含量 > 2% 时, 0.20%。

不同试验室的允许差为:含量 < 2% 时, 0.25%;

含量 > 2% 时, 0.30%。

## 12 二氧化硅的测定 (标准法)

### 12.1 方法提要

在有过的氟、钾离子存在的强酸性溶液中,使硅酸形成氟硅酸钾 ( $K_2SiF_6$ ) 沉淀。经过滤、洗涤及中和残余酸后,加沸水使氟硅酸钾沉淀水解生成等物质的量的氢氟酸。然后以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液进行滴定。

### 12.2 分析步骤

准确称取约 0.5g 试样 ( $m_s$ ),置于银坩埚中,加入 6g~7g 氢氧化钠,盖上坩埚盖并稍留缝隙。放入高温炉中,由低温升至 650℃~700℃,熔融 15min。取出后立即用坩埚钳夹持坩埚摇动并旋转,使熔融物均匀地附着于坩埚内壁。稍冷后立即将坩埚置于 300mL 的塑料烧杯中,加入 100mL 沸水,盖上表面皿。待熔块完全浸出后,用热水洗净坩埚,然后在搅拌下加入 25mL~30mL 盐酸和 1mL 硝酸。用热盐酸溶液 (1+5) 洗净坩埚和盖。溶液冷却至室温。

将溶液转移入 250mL 容量瓶后,迅速用水稀释至标线并摇匀,立即将溶液倒入另一干燥塑料烧杯中。吸取 50.00mL 制备的试验溶液,放入 300mL 塑料烧杯中,加入 10mL~15mL 硝酸,搅拌,冷却至 30℃ 以下。然后加入 10mL 氟化钾(见 4.23),加入固体氯化钾(见 4.22),仔细搅拌至饱和并有约 1g~2g 氯化钾析出。放置 15min~20min,用中速滤纸过滤,塑料杯及沉淀用氯化钾水溶液(见 4.24)洗涤 3 次。将滤纸连同沉淀取下,置于原塑料杯中,沿杯壁加入 10mL 氯化钾—乙醇溶液(见 4.25)及 1mL 酚酞指示剂(见 4.37),用氢氧化钠溶液(见 4.31)中和未洗净的酸,仔细搅拌滤纸并随之擦洗杯壁直至溶液呈红色。然后加入 200mL 沸水(煮沸并用氢氧化钠溶液中和至酚酞呈微红色),用氢氧化钠标准滴定溶液(见 4.31)滴定至微红色。

### 12.3 结果表示

二氧化硅的质量分数  $X_{\text{SiO}_2}$  按式 (15) 计算:

$$X_{\text{SiO}_2} = \frac{T_{\text{SiO}_2} \times V_{11} \times 5}{m_s \times 1000} \times 100 = \frac{T_{\text{SiO}_2} \times V_{11} \times 0.5}{m_s} \dots\dots\dots (15)$$

式中:  $X_{\text{SiO}_2}$ ——二氧化硅的质量分数, %;

$T_{\text{SiO}_2}$ ——每毫升氢氧化钠标准滴定溶液相当于二氧化硅的毫克数, 单位为毫克每毫升 (mg/mL);

$V_{11}$ ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

$m_s$ ——试料的质量, 单位为克 (g);

5——全部试验溶液与分取试验溶液的体积比。

## 12.4 允许差

同一试验室的允许差为: 0.20%;

不同试验室的允许差为: 0.25%。

## 13 氧化钾和氧化钠的测定 (标准法)

### 13.1 方法提要

试样经氢氟酸—硫酸蒸发处理除去硅, 用热水浸取残渣, 以氨水和碳酸铵分离铁、铝、钙、镁。滤液中的钾、钠用火焰光度计进行测定。

### 13.2 分析步骤

称取约 0.2g 试样 ( $m_s$ ), 精确至 0.0001g, 置于铂皿中, 加少量水润湿, 加入 5mL~7mL 氢氟酸和 15~20 滴硫酸 (1+1), 放入通风橱内电炉上缓慢加热, 蒸发至干, 近干时摇动铂皿以防溅失, 至白色浓烟完全逸尽后, 取下冷却至室温。加入适量热水, 压碎残渣使其溶解, 加 1 滴甲基红指示剂溶液 (见 4.33), 用氨水 (1+1) 中和至黄色, 再加入 10mL 碳酸铵溶液 (见 4.15), 搅拌, 然后放入通风橱内电炉上低温加热 20min~30min。用快速滤纸过滤, 以热水洗涤, 滤液及洗液盛于 100mL 容量瓶中, 冷却至室温。用盐酸 (1+1) 中和至溶液呈微红色, 用水稀释至标线, 摇匀。将火焰光度计调节至最佳工作状态, 按仪器使用规程进行测定。在工作曲线 (见 4.27.2) 上分别查出每 100mL 试验溶液中氧化钾和氧化钠的质量 ( $m_7$ ) 和 ( $m_8$ )。

### 13.3 结果表示

氧化钾和氧化钠的质量分数  $X_{\text{K}_2\text{O}}$  和  $X_{\text{Na}_2\text{O}}$  按式 (16) 和 (17) 计算:

$$X_{\text{K}_2\text{O}} = \frac{m_7}{m_s \times 1000} \times 100 = \frac{m_7 \times 0.1}{m_s} \dots\dots\dots (16)$$

$$X_{\text{Na}_2\text{O}} = \frac{m_8}{m_s \times 1000} \times 100 = \frac{m_8 \times 0.1}{m_s} \dots\dots\dots (17)$$

式中:  $X_{\text{K}_2\text{O}}$ ——氧化钾的质量分数, %;

$X_{\text{Na}_2\text{O}}$ ——氧化钠的质量分数, %;

$m_s$ ——试料的质量, 单位为克 (g);

$m_7$ ——100mL 测定溶液中氧化钾的质量, 单位为毫克 (mg);

$m_8$ ——100mL 测定溶液中氧化钠的质量, 单位为毫克 (mg)。

### 13.4 允许差

同一试验室的允许差为: 氧化钾与氧化钠均为 0.10%;

不同试验室的允许差为: 氧化钾与氧化钠均为 0.15%。

## 14 氟化钙的测定 (代用法)

### 14.1 方法提要

试样用含钙乙酸溶液处理, 使碳酸钙和硫酸钙溶解, 经过滤分离后, 不溶渣用盐酸—硼酸—硫酸

混合酸溶解,过滤后,加氢氧化钾溶液使 pH 值至 13 以上,以三乙醇胺为掩蔽剂,用 CMP 混合指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定。

#### 14.2 分析步骤

准确称取 0.25g 试样 ( $m_0$ ),放入 300mL 烧杯中,加入 1mL 乙醇(见 4.11)润湿,加入 10mL 含钙乙酸溶液(见 4.14)。盖上表面皿,摇动烧杯,使其分散。加热沸腾 3min,保温 2min,立即用慢速滤纸过滤于 300mL 烧杯中,用温水冲洗烧杯和不溶渣 4 次,洗涤至溶液总体积为 40mL~50mL,弃去滤液。

将滤纸和不溶渣放入原烧杯中,用水冲洗烧杯壁后,加入 50mL 混合酸(见 4.26),盖上表面皿加热至微沸 30min(每隔 5min 摇动一次)。取下,用水冲洗表面皿和杯壁,并稀释至 100mL,继续加热至微沸后,用中速滤纸过滤于 250mL 容量瓶中,用热水洗涤 8~10 次,冷至室温,加水稀释至标线,摇匀。

吸取 50.00mL 试验溶液,放入 400mL 烧杯中,用水稀释至 250mL。加 5mL 三乙醇胺(1+2)及适量 CMP 混合指示剂(见 4.35),在搅拌下加入氢氧化钾溶液(见 4.13),至出现绿色荧光后过量 5mL~8mL,用 EDTA 标准滴定溶液(见 4.29)滴定至绿色荧光消失,并呈现红色。

#### 14.3 结果表示

氟化钙的质量分数  $X_{\text{CaF}_2}$  按式 (18) 计算:

$$X_{\text{CaF}_2} = \frac{T_{\text{CaF}_2} \times V_{12} \times 5}{m_0 \times 1000} \times 100 = \frac{T_{\text{CaF}_2} \times V_{12} \times 0.5}{m_0} \dots\dots\dots (18)$$

式中:  $X_{\text{CaF}_2}$ ——氟化钙的质量分数, %;

$T_{\text{CaF}_2}$ ——EDTA 标准滴定溶液对氟化钙的滴定度,单位为毫克每毫升 (mg/mL);

$V_{12}$ ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升 (mL);

$m_0$ ——试料的质量,单位为克 (g);

5——全部试验溶液与分取试验溶液的体积比。

#### 14.4 允许差

同一试验室的允许差为: 0.30%;

不同试验室的允许差为: 0.40%。

## 附录 A

(资料性附录)  
烧失量的测定

## A.1 方法提要

试样中所含水分、碳酸盐及其它易挥发性物质，经高温灼烧即分解逸出，灼烧所减少的质量占试料的质量百分数即为烧失量。

## A.2 分析步骤

准确称取约 1g 试样 ( $m_1$ )，精确至 0.0001g，置于已灼烧恒量的瓷坩埚中，将盖斜置于坩埚上。放在马弗炉内，从低温开始逐渐升高温度，在 800℃ 下灼烧 1h，取出，置于干燥器中冷却至室温后，称量。

## A.3 结果表示

烧失量的质量百分数  $X_{LOI}$  按式 (A1) 计算：

$$X_{LOI} = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A1)$$

式中： $X_{LOI}$ ——烧失量的质量百分数，%；

$m_1$ ——试料的质量，单位为克 (g)；

$m_2$ ——灼烧后试料的质量，单位为克 (g)。

## A.4 允许差

同一试验室的允许差为：0.20%。

中 华 人 民 共 和 国  
建 材 行 业 标 准  
建材用萤石化学分析方法  
Methods for chemical analysis of fluorspar  
for building materials industry  
JC/T 911—2003

\*

中国建材工业出版社出版  
建筑材料工业技术监督研究中心（原国家建筑  
材料工业局标准化研究所）发行  
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售  
地矿经研院印刷厂印刷  
版权专用 不得翻印

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 32,000  
2003 年 12 月第一版 2003 年 12 月第一次印刷  
印数 1—500

书号：1580159·054

\*

编号： 1238