

中华人民共和国建材行业标准

JC/T 911—2021
代替 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

2021-03-05 发布

2021-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

建材标准网010-51164708
www.standardcnjc.com

建材标准网010-51164708
www.standardcnjc.com

建材标准网010-51164708
www.standardcnjc.com

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 试验的基本要求	1
5 试剂和材料	1
6 仪器与设备	6
7 试样的制备	7
8 氧化钙的测定	7
9 氟化钙的测定(基准法)	8
10 三氧化二铁的测定(基准法)	9
11 三氧化二铝的测定(基准法)	9
12 氧化镁的测定(基准法)	10
13 二氧化硅的测定	11
14 氧化钾和氧化钠的测定(基准法)	11
15 氟化钙的测定(代用法)	12
16 氧化镁的测定(代用法)	13
17 电感耦合等离子体发射光谱法测定三氧化二铁、三氧化二铝、氧化镁、氧化钾、氧化钠(代用法)	13
18 允许差	13
附录 A(资料性) 烧失量的测定	14

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 JC/T 911—2003《建材用萤石化学分析方法》，与 JC/T 911—2003 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 三氧化二铁的测定(基准法)中，“pH1.8~2.0”修改为“pH1.8”（见第10章，2003年版第9章）；
- b) 增加了氧化镁的测定——原子吸收分光光度法(代用法)（见第16章）；
- c) 增加了电感耦合等离子体发射光谱法测定三氧化二铁、三氧化二铝、氧化镁、氧化钾、氧化钠(代用法)（见第17章）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国建筑材料联合会提出。

本文件由全国水泥标准化技术委员会(SAC/TC 184)归口。

本文件负责起草单位：中国建材检验认证集团股份有限公司、杭州斯曼特建材科技有限公司、安徽省建筑材料科学技术研究所。

本文件参加起草单位：中国联合水泥集团有限公司、中国建筑材料科学研究总院有限公司、新疆天山建筑材料检测有限公司、合肥国骏新型材料有限公司。

本文件主要起草人：张格、黄遵运、卢娟娟、蔡仲卫、戴平、祝尊峰、崔健、王雅兰、鹿晓泉、刘亚民、王琦、任静怡、段兆辉、王伟、郭猛、王瑞海、张文斌、杨森、汪艳丽、成丽。

本文件所代替文件的历次版本发布情况为：

——JC/T 911—2003。

建材用萤石化学分析方法

1 范围

本文件规定了建材用萤石化学分析方法和电感耦合等离子体发射光谱法,分析方法分为基准法和代用法。如果同一成分列了多种测定方法,当有争议时以基准法为准。

本文件适用于建材用萤石及指定采用本文件的其他材料。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 176 水泥化学分析方法

GB/T 2007.1 散装矿产品取样、制样通则 手工取样

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 试验的基本要求

4.1 试验次数与要求

每一成分的试验次数规定为采用本文件所列方法测定两次,两次结果的绝对差值在同一试验室允许差(见表1)内,用两次试验结果的平均值表示测定结果。

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。

4.2 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,读数精确至0.01mL。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,表示至小数点后二位。

数值的修约按GB/T 8170进行。

5 试剂和材料

5.1 概述

除另有说明外，所用试剂应不低于分析纯，用于标定的试剂应为基准试剂。所用水应不低于 GB/T 6682 中规定的三级水的要求。

本文件所列市售浓液体试剂的密度指 20 °C 的密度(ρ)，单位为克每立方厘米(g/cm^3)。

在化学分析中，所用酸或氨水，凡未注浓度者均指市售的浓酸或浓氨水。

用体积比表示试剂稀释程度，例如：盐酸(1+2)表示 1 份体积的浓盐酸与 2 份体积的水相混合。

除另有说明外，标准滴定溶液的有效期为 3 个月，如果超过 3 个月，重新进行标定。

5.2 盐酸(HCl)

1.18 g/cm^3 ~1.19 g/cm^3 或 36%~38%。

5.3 氢氟酸(HF)

1.13 g/cm^3 或 40%。

5.4 硝酸(HNO_3)

1.39 g/cm^3 ~1.41 g/cm^3 或 65%~68%。

5.5 硫酸(H_2SO_4)

1.84 g/cm^3 或 95%~98%。

5.6 冰乙酸(CH_3COOH)

1.05 g/cm^3 或 99.8%。

5.7 氨水($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)

0.90 g/cm^3 ~0.91 g/cm^3 或 25%~28%。

5.8 盐酸(1+1); (1+5)

5.9 硫酸(1+1)

5.10 乙酸(1+9)

5.11 氨水(1+1)

5.12 乙醇($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)

无水乙醇或体积分数 95%。

5.13 氢氧化钠(NaOH)

5.14 氢氧化钾溶液(200 g/L)

将 200 g 氢氧化钾(KOH)溶于水中，加水稀释至 1 L，贮存于塑料瓶中。

5.15 含钙乙酸溶液

称取 1.5 g 碳酸钙(CaCO_3)，置于 400 mL 烧杯中，盖上表面皿，加入 150 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 mL，摇匀。

5.16 碳酸铵溶液(100 g/L)

将 10 g 碳酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3]$ 溶解于 100 mL 水中，用时现配。

5.17 EDTA-铜溶液

按 EDTA 标准滴定溶液 $[c(\text{EDTA})=0.015 \text{ mol/L}]$ (见 5.30) 与硫酸铜标准滴定溶液 $[c(\text{CuSO}_4)=0.015 \text{ mol/L}]$ (见 5.31) 的体积比 (见 5.31.2)，准确配制成等浓度的混合溶液。

5.18 pH3.0 的缓冲溶液

将 3.2 g 无水乙酸钠 (CH_3COONa) 溶于水，加 120 mL 冰乙酸 (CH_3COOH)，用水稀释至 1 L，摇匀。

5.19 pH4.3 的缓冲溶液

将 42.3 g 无水乙酸钠 (CH_3COONa) 溶于水，加 80 mL 冰乙酸 (CH_3COOH)，用水稀释至 1 L，摇匀。

5.20 pH10 的缓冲溶液

将 67.5 g 氯化铵 (NH_4Cl) 溶于水，加 570 mL 氨水 ($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)，用水稀释至 1 L，摇匀。

5.21 三乙醇胺 $[\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_3]$ (1+2)

5.22 酒石酸钾钠溶液 (100 g/L)

将 100 g 酒石酸钾钠 ($\text{C}_4\text{H}_4\text{KNaO}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 溶于水，稀释至 1 L。

5.23 氯化钾 (KCl)

颗粒粗大时，应研细后使用。

5.24 氟化钾溶液 (150 g/L)

称取 150 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 L，贮存于塑料瓶中。

5.25 氯化钾溶液 (150 g/L)

称取 50 g 氯化钾 (KCl) 溶于水，用水稀释至 1 L。

5.26 氯化钾-乙醇溶液 (50 g/L)

将 5 g 氯化钾 (KCl) 溶于 50 mL 水中，加入 50 mL 95% 乙醇 (见 5.12)，混匀。

5.27 混合酸

称取 12.5 g 硼酸 (H_3BO_3)，置于 1 000 mL 烧杯中，加入约 100 mL 水，徐徐加入 25 mL 硫酸，加热使其溶解，稍冷再加入 250 mL 盐酸。用水稀释至 1 000 mL。

5.28 氧化钾 (K_2O)，氧化钠 (Na_2O) 标准溶液

5.28.1 氧化钾，氧化钠标准溶液的配制

称取 0.792 g 已于 105 °C ~ 110 °C 烘过 2 h 的氯化钾 (KCl) 及 0.943 g 已于 105 °C ~ 107 °C 烘过 2 h 的氯化钠 (NaCl)，精确至 0.000 1 g，置于 300 mL 烧杯中，加水完全溶解后，移入 1 000 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 mg 氧化钾及 0.5 mg 氧化钠。

5.28.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升含有 0.5mg 氧化钾及 0.5mg 氧化钠的标准溶液 0mL、1.00mL、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL、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。

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

称取 0.6 g (m_1) 已于 105 °C ~ 110 °C 烘过 2 h 的碳酸钙 (CaCO_3 ，基准试剂)，精确至 0.000 1 g，置于 300 mL 烧杯中，加入约 100 mL 水，盖上表面皿，沿杯口慢慢加入 6 mL 盐酸 (1+1)，搅拌至碳酸钙全部溶解，加热煮沸并微沸 1min ~ 2min。冷却至室温后，移入 250mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

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

5.30.1 标准滴定溶液的配制

称取约 5.6 g (乙二胺四乙酸二钠， $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 置于烧杯中，加入约 200 mL 水，加热溶解，过滤，用水稀释至 1 L，摇匀。

5.30.2 EDTA 标准滴定溶液浓度的标定

吸取 25.00 mL 碳酸钙标准溶液 (见 5.29) 于 400 mL 烧杯中，加入约 200 mL 水，加入适量的 CMP 指示剂 (见 5.36)，在搅拌下加入氢氧化钾溶液 (见 5.14) 至出现绿色荧光后再过量 2 mL ~ 3 mL，以 EDTA 标准滴定溶液滴定至绿色荧光消失并呈现红色 (V_1)。

EDTA 标准滴定溶液的浓度按公式 (1) 计算：

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

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 5.29 配制碳酸钙标准溶液的碳酸钙的质量，单位为克 (g)；

100.09—— CaCO_3 的摩尔质量，单位为克每摩尔 (g/mol)。

5.30.3 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公式 (2)、(3)、(4)、(5) 和 (6) 计算：

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

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

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

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

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

式中:

$T_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ ——EDTA 标准滴定溶液对三氧化二铁的滴定度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

$T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——EDTA 标准滴定溶液对三氧化二铝的滴定度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

T_{CaO} ——EDTA 标准滴定溶液对氧化钙的滴定度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

T_{MgO} ——EDTA 标准滴定溶液对氧化镁的滴定度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

T_{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);

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

40.31——MgO 的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol);

78.08—— CaF_2 的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol)。

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

5.31.1 标准滴定溶液的配制

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

5.31.2 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 10 mL~15 mL EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA}) = 0.015 \text{ mol/L}$] (见 5.30) 于 400 mL 烧杯中, 用水稀释至约 150 mL, 加 15 mL pH4.3 的缓冲溶液(见 5.19), 加热煮沸, 取下稍冷, 加 5~6 滴 PAN 指示剂溶液(见 5.33), 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公式(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)。

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

5.32.1 标准滴定溶液的配制

将 60 g 氢氧化钠(NaOH)溶于 10 L 水中, 充分摇匀, 贮存于塑料瓶中。

5.32.2 氢氧化钠标准滴定溶液浓度的标定

称取约 0.8 g (m_2) 苯二甲酸氢钾($\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$), 精确至 0.0001 g, 置于 400 mL 烧杯中。加入约 150 mL 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(见 5.38)。用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色(V_4)。

氢氧化钠标准滴定溶液的浓度按公式(8)计算:

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

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);

m_2 ——苯二甲酸氢钾的质量,单位为克(g);

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);

204.2——苯二甲酸氢钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

5.32.3 氢氧化钠标准滴定溶液对二氧化硅滴定度的计算

氢氧化钠标准滴定溶液对二氧化硅的滴定度按公式(9)计算:

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

式中:

T_{SiO_2} ——氢氧化钠标准滴定溶液对二氧化硅的滴定度,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)。

5.33 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(PAN)指示剂溶液(2 g/L)

将0.2 g PAN溶于100 mL 95%乙醇(见5.12)中。

5.34 甲基红指示剂溶液(2 g/L)

将0.2 g 甲基红溶于100 mL 95%乙醇(见5.12)中。

5.35 磺基水杨酸钠指示剂溶液

将10 g 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,加水稀释至100 mL。

5.36 钙黄绿素-甲基百里香酚蓝-酚酞混合指示剂(简称CMP指示剂)

称取1.00 g 钙黄绿素、1.00 g 甲基百里香酚蓝、0.20 g 酚酞与50 g 已在105℃~110℃烘干过的硝酸钾(KNO_3)混合研细,保存在磨口瓶中。

5.37 酸性铬蓝K-萘酚绿B混合指示剂(简称KB指示剂)

称取1.00 g 酸性铬蓝K、2.50 g 萘酚绿B与50 g 已在105℃~110℃烘干过的硝酸钾(KNO_3)混合研细,保存在磨口瓶中。

5.38 酚酞指示剂溶液

将1 g 酚酞溶于100 mL 95%乙醇(见5.12)中。

5.39 溴酚蓝指示剂溶液

将0.2 g 溴酚蓝溶于100 mL 乙醇(1+4)中。

6 仪器与设备

6.1 天平

精确至 0.000 1 g。

6.2 银坩埚、瓷坩埚

银坩埚带盖，容量 30 mL；瓷坩埚带盖，容量 20 mL~30 mL。

6.3 铂皿

容量 50 mL~100 mL。

6.4 高温炉

应使用温度控制器准确控制炉温，可控制温度(700±25)℃、(800±25)℃。

6.5 滤纸

快速、中速、慢速定量滤纸。

6.6 玻璃器皿

滴定管、容量瓶、移液管。

6.7 火焰光度计

可稳定地测定钾在波长 768 nm 处和钠在波长 589 nm 处的谱线强度。

6.8 原子吸收分光光度计

带有镁元素空心阴极灯。

6.9 电感耦合等离子体发射光谱仪

能够检测不同元素的原子激发或电离时发射出的特征光谱。

7 试样的制备

按 GB/T 2007.1 方法取样，送往实验室的样品应是具有代表性的均匀性样品。由试验室样品缩分后的试样不得少于 100 g，试样通过 0.08 mm 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 50 g，然后研磨至全部通过孔径为 0.08 mm 方孔筛。充分混匀，装入试样瓶中，密封保存。

试样分析前在 105℃~110℃干燥箱中干燥 2 h，盖好试样瓶盖，放入干燥器中冷却至室温，供测定用。

8 氧化钙的测定

8.1 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，以三乙醇胺为掩蔽剂，加氢氧化钾溶液使 pH 值至 13 以上，用 CMP 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。

8.2 分析步骤

称取约 0.25 g 试样 (m_3)，精确至 0.000 1 g，置于 100 mL 烧杯中，加入 1 mL 乙醇(见 5.12)润湿，准确加入 10.00 mL 含钙乙酸溶液(见 5.15)。盖上表面皿，摇动烧杯，使其分散。加热沸腾 3 min，保温 2 min，立即用慢速滤纸过滤于 300 mL 烧杯中。用温水冲洗烧杯和不溶渣 4 次，洗涤至溶液总体积 40 mL~50 mL，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 250 mL，加入 5 mL 三乙醇胺(1+2)及适量的 CMP 指示剂(见 5.36)。在搅拌下加入氢氧化钾溶液(见 5.14)，至出现绿色荧光后再过量 5 mL~8 mL，用 EDTA 标准滴定溶液(见 5.30)滴定至绿色荧光消失并呈现红色(V_5)。

随同试样做两份空白试验，两份空白值的差不大于 0.10 mL，取平均值(V_6)。

8.3 结果表示

氧化钙的质量分数 w_{CaO} 按公式(10)计算：

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

式中：

w_{CaO} ——氧化钙的质量分数，%；

T_{CaO} ——EDTA 标准滴定溶液对氧化钙的滴定度，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)。

9 氟化钙的测定(基准法)

9.1 方法提要

试样以氢氟酸-硫酸混合酸蒸发处理，溶解过滤后，以三乙醇胺为掩蔽剂，加氢氧化钾溶液使 pH 值为 13 以上，用 CMP 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。

9.2 分析步骤

称取约 0.5 g 试样 (m_4)，精确至 0.000 1 g，置于铂皿中，加入 2 mL 硫酸(1+1)及 5 mL 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 2 mL 硫酸(1+1)。重新慢慢蒸发至三氧化硫白烟基本冒尽。加入 30 mL HCl(1+1)，加热 10 min，将不溶渣用热水洗入 400 mL 烧杯中，仔细用胶头擦棒擦洗净铂皿，加水稀释至约 150 mL，然后将溶液加热煮沸 10 min~15 min，再加入 50 mL 水，加热搅拌使不溶渣溶解。稍冷后，用中速滤纸过滤于 250 mL 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(见 10.2)，三氧化二铝(见 11.2)，氧化镁(见 12.2)用。

吸取 25.00 mL 试验溶液，放入 400 mL 烧杯中，用水稀释至 250 mL，加入 5 mL 三乙醇胺(1+2)，及适量 CMP 指示剂(见 5.36)，在搅拌下加入氢氧化钾溶液(见 5.14)，至出现绿色荧光后过量 5 mL~8 mL，用 EDTA 标准滴定溶液(见 5.30)滴定至绿色荧光消失，并呈现红色(V_7)。

9.3 结果表示

氟化钙的质量分数 w_{CaF_2} 按公式(11)计算:

$$w_{\text{CaF}_2} = \frac{T_{\text{CaF}_2} \times V_7 \times 10}{m_4 \times 1000} \times 100\% - w_{\text{CaO}} \times 1.3923 \dots \dots \dots (11)$$

式中:

- w_{CaF_2} ——氟化钙的质量分数, %;
- T_{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_7 ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);
- m_4 ——试料的质量, 单位为克(g);
- w_{CaO} ——试样中氧化钙的质量分数(见 8.3), %;
- 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。

10 三氧化二铁的测定(基准法)

10.1 方法提要

在 pH1.8、温度 60 °C~70 °C 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。

10.2 分析步骤

从 9.2 试验溶液中, 吸取 50.00 mL 溶液放入 300 mL 烧杯中, 加水稀释至约 100 mL, 用氨水(1+1)和盐酸(1+1)调节溶液 pH 值 1.8(用精密 pH 试纸检验)。将溶液加热至 70 °C, 加 10 滴磺基水杨酸钠指示剂溶液(见 5.35), 以 EDTA 标准滴定溶液(见 5.30)缓慢地滴定至亮黄色(终点时溶液温度应不低于 60 °C) (V_8)。保留此溶液供测定三氧化二铝(见 11.2)用。

10.3 结果表示

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

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

式中:

- $w_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ ——三氧化二铁的质量分数, %;
- $T_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ ——EDTA 标准滴定溶液对三氧化二铁的滴定度, 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 ——9.2 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。

11 三氧化二铝的测定(基准法)

11.1 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-铜和 PAN 为指示剂, 用 EDTA 标准滴定溶液滴定。

11.2 分析步骤

向 10.2 中测完铁的溶液中加入水稀释至约 200 mL，加入 1~2 滴溴酚蓝指示剂(见 5.39)，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 15 mL pH3.0 的缓冲溶液(见 5.18)，加热煮沸并保持 1 min，加入 10 滴 EDTA-铜溶液(见 5.17)及 2~3 滴 PAN 指示剂溶液(见 5.33)，用 EDTA 标准滴定溶液(见 5.30)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(V_9)。

11.3 结果表示

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

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

式中：

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

$T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——EDTA 标准滴定溶液对三氧化二铝的滴定度，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 ——9.2 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。

12 氧化镁的测定(基准法)

12.1 方法提要

以酒石酸钾钠、三乙醇胺为掩蔽剂，在 pH10 的溶液中，用 KB 指示剂，以 EDTA 标准滴定溶液滴定。

12.2 分析步骤

从 9.2 试验溶液中吸取 25.00 mL 溶液放入 400 mL 烧杯中，加水稀释至约 200 mL，依次加入 1 mL 酒石酸钾钠(见 5.22)和 5 mL 三乙醇胺(1+2)，搅拌。然后加入 25 mL pH10 缓冲溶液(见 5.20)及适量的 KB 指示剂(见 5.37)，以 EDTA 标准滴定溶液(见 5.30)滴定，近终点时应缓慢滴定至纯蓝色(V_{10})。

12.3 结果表示

氧化镁的质量分数 w_{MgO} 按式(14)计算：

$$w_{\text{MgO}} = \frac{T_{\text{MgO}} \times (V_{10} - V_7) \times 10}{m_4 \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (14)$$

式中：

w_{MgO} ——氧化镁的质量分数，%；

T_{MgO} ——EDTA 标准滴定溶液对氧化镁的滴定度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

V_7 ——按 9.2 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(9.2)，单位为毫升(mL)；

m_4 ——9.2 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。

13 二氧化硅的测定

13.1 方法提要

在有过的量的氟、钾离子存在的强酸性溶液中，使硅酸形成氟硅酸钾(K₂SiF₆)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。

13.2 分析步骤

称取约 0.5 g 试样(m_s)，精确至 0.000 1 g，置于银坩埚中，加入 6 g~7 g 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 15 min。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 300 mL 的塑料烧杯中。加入 100 mL 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 25 mL~30 mL 盐酸和 1 mL 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 250 mL 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 50.00 mL 制备的试验溶液，放入 300 mL 塑料烧杯中，加入 10 mL~15 mL 硝酸，搅拌，冷却至 30℃以下。然后加入 10 mL 氯化钾(见 5.24)，加入固体氯化钾(见 5.23)，仔细搅拌至饱和并有约 1 g~2 g 氯化钾析出。放置 15 min~20 min，用中速滤纸过滤，塑料杯及沉淀用氯化钾水溶液(见 5.25)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 10 mL 氯化钾-乙醇溶液(见 5.26)及 1 mL 酚酞指示剂(见 5.38)，用氢氧化钠溶液(见 5.32)中和未洗净的酸，仔细搅拌、挤压滤纸并随之擦洗杯壁直至溶液呈红色。然后加入 200 mL 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 5.32)滴定至微红色(V₁₁)。

13.3 结果表示

二氧化硅的质量分数 w_{SiO₂} 按公式(15)计算:

$$w_{\text{SiO}_2} = \frac{T_{\text{SiO}_2} \times V_{11} \times 5}{m_s \times 1000} \times 100\% \quad (15)$$

式中:

w_{SiO₂}——二氧化硅的质量分数, %;

T_{SiO₂}——氢氧化钠标准滴定溶液对二氧化硅的滴定度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

V₁₁——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。

14 氧化钾和氧化钠的测定(基准法)

14.1 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。

14.2 分析步骤

称取约 0.2 g 试样(m_6), 精确至 0.000 1 g, 置于铂皿中, 加少量水润湿, 加入 5 mL~7 mL 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 5.34), 用氨水(1+1)中和至黄色, 再加入 10 mL 碳酸铵溶液(见 5.16), 搅拌, 然后放入通风橱内电炉上低温加热 20 min~30 min。用快速滤纸过滤, 以热水洗涤, 滤液及洗液盛于 100 mL 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 5.28.2)上分别查出每 100 mL 试验溶液中氧化钾和氧化钠的质量(m_7)和(m_8)。

14.3 结果表示

氧化钾和氧化钠的质量分数 w_{K_2O} 和 w_{Na_2O} 分别按公式(16)和(17)计算:

$$w_{K_2O} = \frac{m_7}{m_6 \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (16)$$

$$w_{Na_2O} = \frac{m_8}{m_6 \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (17)$$

式中:

w_{K_2O} ——氧化钾的质量分数, %;

w_{Na_2O} ——氧化钠的质量分数, %;

m_6 ——试料的质量, 单位为克(g);

m_7 ——100 mL 测定溶液中氧化钾的质量, 单位为毫克(mg);

m_8 ——100 mL 测定溶液中氧化钠的质量, 单位为毫克(mg)。

15 氟化钙的测定(代用法)

15.1 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, 以三乙醇胺为掩蔽剂, 加氢氧化钾溶液使 pH 值至 13 以上, 用 CMP 指示剂, 用 EDTA 标准滴定溶液滴定。

15.2 分析步骤

称取 0.25 g 试样(m_9), 精确至 0.000 1 g, 放入 300 mL 烧杯中, 加入 1 mL 乙醇(见 5.12)润湿, 加入 10 mL 含钙乙酸溶液(见 5.15), 盖上表面皿, 摇动烧杯, 使其分散。加热沸腾 3 min, 保温 2 min, 立即用慢速滤纸过滤于 300 mL 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 40 mL~50 mL, 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 50 mL 混合酸(见 5.27), 盖上表面皿加热至微沸 30 min(每隔 5 min 摇动一次)。取下, 用水冲洗表面皿和杯壁, 并稀释至 100 mL, 继续加热至微沸后, 用中速滤纸过滤于 250 mL 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 50.00 mL 试验溶液, 放入 400 mL 烧杯中, 用水稀释至 250 mL。加 5 mL 三乙醇胺(1+2)及适量 CMP 指示剂(见 5.36), 在搅拌下加入氢氧化钾溶液(见 5.14), 至出现绿色荧光后过量 5 mL~8 mL, 用 EDTA 标准滴定溶液(见 5.30)滴定至绿色荧光消失, 并呈现红色(V_{12})。

15.3 结果表示

氟化钙的质量分数 w_{CaF_2} 按公式(18)计算:

$$w_{CaF_2} = \frac{T_{CaF_2} \times V_{12} \times 5}{m_0 \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (18)$$

式中:

w_{CaF_2} ——氟化钙的质量分数, %;

T_{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。

16 氧化镁的测定(代用法)

原子吸收分光光度法, 按 GB/T 176 进行。

17 电感耦合等离子体发射光谱法测定三氧化二铁、三氧化二铝、氧化镁、氧化钾、氧化钠(代用法)

按 GB/T 176 进行。

18 允许差

本文件所列允许差均为绝对偏差, 以百分数(%)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), 采用本文件所列方法分析同一试样时, 两次分析结果应符合允许差(见表1)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: 两个试验室采用本文件所列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(见表1)规定。

测定结果的允许差见表1。

表1 测定结果的允许差

成分	同一试验室的允许差 %	不同试验室的允许差 %
CaO(氧化钙)	0.20	0.25
CaF ₂ (氟化钙)	0.30	0.40
Fe ₂ O ₃ (三氧化二铁)	0.15	0.20
Al ₂ O ₃ (三氧化二铝)	0.20	0.25
MgO(氧化镁)	0.15	0.25
SiO ₂ (二氧化硅)	0.20	0.25
K ₂ O(氧化钾)	0.10	0.15
Na ₂ O(氧化钠)	0.08	0.15

附录 A
(资料性)
烧失量的测定

A.1 方法提要

试样中所含水分、碳酸盐及其他易挥发性物质，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

称取约 1 g 试样 (m_1)，精确至 0.000 1 g，置于已灼烧恒量的瓷坩埚中，将盖斜置于坩埚上。放在高温炉内，从低温开始逐渐升高温度，在 800 °C 下灼烧 1 h，取出，置于干燥器中冷却至室温后，称量。

A.3 结果表示

烧失量的质量分数 w_{LOI} 按公式 (A.1) 计算：

$$w_{LOI} = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

- w_{LOI} ——烧失量的质量分数，%；
- 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%。

建材标准网010-51164708
www.standardcnjc.com

建材标准网010-51164708
www.standardcnjc.com

建材标准网010-51164708
www.standardcnjc.com

建材标准网010-51164708
www.standardcnjc.com

建材标准网010-51164708
www.standardcnjc.com

中华人民共和国
建材行业标准
建材用萤石化学分析方法
JC/T 911—2021

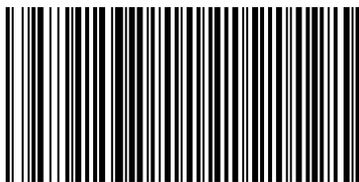
*

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
北京市青云兴业印刷有限公司

版权所有 不得翻印

开本 880mm×1230mm 1/16 印张 1.25 字数 34 千字
2021 年 6 月第一版 2021 年 6 月第一次印刷
印数：1—800 册 定价：28.00 元
书号：155160·2504

编号：1506



JC/T 911—2021

网址：www.standardcnjc.com 电话：(010)51164708
地址：北京朝阳区管庄东里建材大院北楼 邮编：100024
本标准如出现印装质量问题，由发行部负责调换。