

萤石化验分析操作规程

一、试剂

- 1、乙醇溶液 (1+1)，取无水乙醇 500mL 加水 500mL，置于 1000mL 小口瓶中。
- 2、乙酸溶液 (1+9)，取乙酸 100mL 加水 900mL，置于 1000mL 小口瓶中。
- 3、三乙醇胺溶液 (1+2)，取三乙醇胺 330mL 加水 660mL，置于 1000mL 小口瓶中。
- 4、氢氧化钾溶液 (200g/L)，取氢氧化钾 2kg 溶解于 10L 水中，储存于塑料容器内。
- 5、混合指示剂，茜素红、钙黄绿素、氯化钾，干燥后按质量比为 1: 1: 100，混匀研细后装入试剂瓶内备用。
- 6、盐酸-硼酸-硫酸混合酸，取硼酸 12.5g 置于 250mL 烧杯中，加水约 100mL，缓慢加入硫酸 25 mL，加热使硼酸溶解，稍冷后移入预先盛有 250 mL 盐酸和约 600mL 水的试剂瓶中，冷却至室温后用水稀释至 1000mL，混匀后移入小口瓶中。
- 7、EDTA 标准滴定溶液， $c(\text{EDTA}) \approx 0.0075\text{mol/L}$ ，取乙二胺四乙酸二钠 28g ($372.24\text{g/mol} \times 0.0075\text{mol/L} \times 10\text{L} = 27.918\text{g}$) 置于 1000mL 烧杯中，加适量水，用氢氧化钾溶液调节其 PH 值为 5~5.5，加热使其完全溶解后冷却至室温，加水至 1000mL，移入塑料容器内，加水 9L，混匀，放置三天后标定。
- 8、萤石标准样品 (YSB14797-02，武钢技术中心)， $\text{CaF}_2=98.55\%$ ； $\text{SiO}_2=0.69\%$ ； $\text{CaCO}_3=0.44\%$ 。

二、EDTA 标准滴定溶液标定

用差减法称取标样 $0.25 \pm 0.01\text{g}$ (m ，读数精确到 0.0001g) 三份，转移至预先放置在 250mL 容量瓶上的漏斗内，滴 5~6 滴乙醇润湿试样，用盐酸-硼酸-硫酸混合酸 20mL 将试样洗入容量瓶内，将容量瓶放在调温电炉上低温加热至微沸并保持 20min (加热时漏斗上加盖表皿，其间时常摇动容量瓶防止试样粘于瓶底)，移下电炉稍冷，加水约 100mL，继续加热至微沸，移下电炉稍冷，冲洗表皿及漏斗，冷却至室温，定容、摇匀。

移取试液 25mL 于 250mL 三角杯中，加水 75mL，加入 1+2 三乙醇胺溶液 5mL，摇匀后加入 20%氢氧化钾溶液 10mL (此时欲测定溶液 $\text{PH} > 13$)，加入约 0.1g 混合指示

剂，用 EDTA 标准溶液滴定至绿色荧光突然消失，溶液呈酒红色为终点，随同作空白试验。

$$\text{计算过程: } \frac{78.08 \times c_{(EDTA)} \times (V_1 - V_0)}{m \times 1000 \div 250 \times 25} \times 100 = CaF_2 + CaCO_3 \times 0.7801$$

$$\frac{78.08 \times c_{(EDTA)} \times (V_1 - V_0)}{m} = 98.55 + 0.44 \times 0.7801 = 98.893244$$

$$c_{(EDTA)} = \frac{1.2665631m}{V_1 - V_0}$$

式中： $c_{(EDTA)}$ —EDTA 标准溶液浓度（mmol/mL）；

V_1 —滴定消耗 EDTA 标准溶液的体积（mL）；

V_0 —滴定空白溶液消耗 EDTA 标准溶液的体积（mL）；

m —称取萤石标准样品重量， $m \times 1000 \div 250 \times 25$ 为滴定过程中参与反应的标样重量（mg）；

CaF_2 —标样中 CaF_2 的质量分数，数值以%表示；

$CaCO_3$ —标准样品中 $CaCO_3$ 的质量分数， $CaCO_3 \times 0.7801$ 是标准样品中 $CaCO_3$ 质量分数换算成当量的 CaF_2 质量（ CaF_2 与 $CaCO_3$ 分子量比值为 0.7801）。

三、碳酸钙的测定（EDTA 容量法—冷溶）

用差减法称取试样 $0.5 \pm 0.05g$ （ m ，读数精确到 0.0001g）置于 100mL 烧杯中，滴 5~6 滴乙醇润湿试样，加 1+9 乙酸溶液 10mL 摇匀使试样中的 $CaCO_3$ 充分溶解，以慢速滤纸过滤于 250mL 三角杯中，过滤过程控制洗涤烧杯及沉淀用水量不超过 50mL，此操作过程要连贯进行。

滤液用水稀释至约 100mL，加入 1+2 三乙醇胺溶液 5mL，摇匀后加入 20%氢氧化钾溶液 10mL（此时欲测定溶液 PH>13），加入约 0.1g 混合指示剂，用 EDTA 标准溶液滴定至绿色荧光突然消失，溶液呈酒红色为终点，随同作空白试验。

$$\text{计算: } CaCO_3 (\%) = \frac{100.09 \times c_{(EDTA)} \times (V_1 - V_0)}{m \times 1000} \times 100 = \frac{10.009 \times c_{(EDTA)} \times (V_1 - V_0)}{m}$$

式中： $CaCO_3$ （%）—试样中 $CaCO_3$ 的百分含量；

$c_{(EDTA)}$ —EDTA 标准溶液浓度（mmol/mL）；

V_1 —滴定所消耗的 EDTA 溶液的体积 (mL);

V_0 —滴定空白溶液所消耗的 EDTA 标准溶液的体积 (mL);

m —试样重量 (g)。

同一试样分析结果差值不大于下表所列允许差。

碳酸钙的质量分数	允许差
0.10~0.50	0.05
>0.50~1.00	0.07
>1.01~3.00	0.5

四、氟化钙的测定 (EDTA 容量法)

用差减法称取试样 $0.25 \pm 0.01\text{g}$ (m , 读数精确到 0.0001g), 转移至预先放置在 250mL 容量瓶上的漏斗内, 滴 5~6 滴乙醇润湿试样, 用盐酸-硼酸-硫酸混合酸 20mL 将试样洗入容量瓶内, 将容量瓶放在调温电炉上低温加热至微沸并保持 20min (加热时漏斗上加盖表皿, 其间时常摇动容量瓶防止试样粘于瓶底), 移下电炉稍冷, 加水约 100mL, 继续加热至微沸, 移下电炉稍冷, 冲洗表皿及漏斗, 冷却至室温, 定容、摇匀。

移取试液 25mL 于 250mL 三角杯中, 加水 75mL, 加入 1+2 三乙醇胺溶液 5mL, 摇匀后加入 20%氢氧化钾溶液 10mL (此时欲测定溶液 $\text{PH} > 13$), 加入约 0.1g 混合指示剂, 用 EDTA 标准溶液滴定至绿色荧光突然消失, 溶液呈酒红色为终点, 随同作空白试验。

$$\begin{aligned}\text{计算: } \text{CaF}_2 (\%) &= \frac{78.08 \times c_{(\text{EDTA})} \times (V_1 - V_0)}{m \times 1000 \div 250 \times 25} \times 100 - \text{CaCO}_3 \times 0.7801 \\ &= \frac{78.08 \times c_{(\text{EDTA})} \times (V_1 - V_0)}{m} - \text{CaCO}_3 \times 0.7801\end{aligned}$$

式中: $\text{CaF}_2 (\%)$ —试样中 CaF_2 的百分含量;

$c_{(\text{EDTA})}$ —EDTA 标准溶液浓度 (mmol/mL);

V_1 —滴定所消耗的 EDTA 溶液的体积 (mL);

V_0 —滴定空白溶液所消耗的 EDTA 标准溶液的体积 (mL);

m —试样重量, $m \times 1000 \div 250 \times 25$ 是滴定过程中参与反应的试样重量 (mg);

CaCO_3 —试样中 CaCO_3 的百分含量, $\text{CaCO}_3 \times 0.7801$ —该试样中 CaCO_3 换算成当量的 CaF_2 % (CaF_2 与 CaCO_3 分子量比值为 0.7801)。

同一试样分析结果差值不大于下表所列允许差。

氟化钙的质量分数	允许差
60.00~70.00	0.3
>70.00~90.00	0.4
>90.00	0.5

五、二氧化硅的测定(氢氟酸重量法)

将试样用氢氟酸处理, 氢氟酸与二氧化硅反应生成四氟化硅挥发, 按氢氟酸处理前后的质量差计算二氧化硅含量。由于试样中含大量氟化钙, 所以灼烧温度须加控制, 勿超过 650°C , 温度过高则会使二氧化硅与氟化钙生成四氟化硅逸出; 650°C 条件下, 试样中的 CaCO_3 不能被分解为 CaO , 而是与 HF 作用生成 CaF_2 , 应在计算结果时计算物质转换的重量, 可不必经过稀乙酸处理, 直接称样测定。

分析步骤:

(1) 用差减法称取试样约 $0.5 \pm 0.005\text{g}$ (m_0 , 读数精确至 0.1mg) 置于铂金坩埚中, 于 650°C 高温炉内焙烧 10min, 移出高温炉自然冷却 2~3min 后置于干燥器内冷却至室温, 称量 (m_1);

(2) 加入氢氟酸约 5mL, 放在调温电炉上低温蒸发至近干时取下自然冷却, 再加入适量氢氟酸润湿试样继续加热挥发至干;

(3) 置于高温炉内于 650°C 焙烧 10min, 移出高温炉自然冷却 2~3min 后置于干燥器内冷却至室温, 称量 (m_2)。

$$\begin{aligned}\text{计算: } \text{SiO}_2 (\%) &= \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100\% - \text{CaCO}_3 + \text{CaCO}_3 \times 0.7801 \\ &= \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100\% - \text{CaCO}_3 \times 0.22\end{aligned}$$

式中: SiO_2 (%) — 试样中 SiO_2 的百分含量;

m_0 — 试样重量 (g);

m_1 — 第一次焙烧后坩埚与试样的重量 (g);

m_2 — 第二次焙烧后坩埚与试样的重量 (g);

$\text{CaCO}_3 \times 0.7801$ — 该试样中 CaCO_3 与 HF 反应成 CaF_2 的重量。

同一试样分析结果差值不大于下表所列允许差。

二氧化硅的质量分数	允许差
0.10~0.20	0.05
>0.20~1.00	0.07
>1.00~2.00	0.1

萤石选矿化验、萤石选矿设计、萤石浮选降硅、萤石浮选分离
碳酸钙、萤石浮选分离重晶石工艺技术及药剂 F-8 咨询电话
15879682123

萤石专用捕收剂 F-8 说明书

一、使用目的：萤石矿浮选降硅（二氧化硅）除钙（碳酸钙）提高产品质量，提高回收率，低温（2℃以上）浮选、常温浮选。

二、浮选性能：具有良好的捕收性、选择性和耐低温性能。对萤石矿降钙（碳酸钙）降硅（二氧化硅）具有广泛适用性。

三、建议用量：500 克/吨给矿，根据矿石性质不同调整用量。

四、使用方法：原液直接添加，使用方便。

五、使用矿物浮选范围：萤石矿（萤石—石英型、萤石—碳酸钙型、萤石—重晶石型等各种萤石矿）、重晶石矿、磷矿石的浮选。

六、环保性能：药剂无毒无害，易生物降解，对环境好，选矿尾水可循环使用。

七、产品特点：

1. 萤石矿浮选脱硅除钙，生产成本低。
2. 耐低温（2℃以上），不用加热常温浮选，节能降耗（省去烧锅炉费用）。
3. 浮选时可以不添加纯碱，可以在中性和酸性条件中使用。
4. 浮选泡沫量适中，浮选稳定，可波动范围大，易于生产操作。

5. 选择性好，捕收能力强，萤石选矿回收率高。
6. 高效、无毒，对人体和环境好。

永丰县吉星矿业有限公司

联系电话 0796-2527825 15879682123