

团 体 标 准

T/QGCML XXXX—XXXX

白云石型萤石矿氟化钙 碳酸盐含量测定技术规范

Technical specification for determination of calcium fluoride and carbonate content
in dolomite-type fluorite ore

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

全国城市工业品贸易中心联合会 发 布

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。

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 提出。

本文件由全国城市工业品贸易中心联合会归口。

本文件主要起草单位：

本文件主要起草人：

白云石型萤石矿氟化钙 碳酸盐含量测定技术规范

1 范围

本文件适用于的生产和检验。本规范适用于白云石型萤石矿中氟化钙（ CaF_2 ）及碳酸盐（以 CaCO_3 和 MgCO_3 计）含量的测定，涵盖化学分析、仪器分析及数据处理方法，确保测定结果准确可靠，满足矿产资源开发利用及贸易需求。

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 5195.1-2017《萤石 第1部分：化学分析方法——氟化钙含量的测定》
GB/T 5195.2-2006《萤石 碳酸盐含量的测定》
GB/T 6379.1-2004《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 6682-2008《分析实验室用水规格和试验方法》

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

3.1

白云石型萤石矿

以氟化钙为主成分，同时含有白云石（ $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ ）等碳酸盐矿物的萤石矿。

3.2

氟化钙含量

以质量分数表示的萤石矿中 CaF_2 的占比。

3.3

碳酸盐含量

以质量分数表示的萤石矿中 CaCO_3 和 MgCO_3 的总和。

4 测定方法

（一）氟化钙含量测定

EDTA滴定法（GB/T 5195.1-2017）

适用范围： CaF_2 含量 $\geq 60\%$ 的萤石矿。

原理：试料经含钙稀乙酸浸取，分离碳酸盐后，不溶物以盐酸-硼酸混合酸分解，在 $\text{pH} > 12.5$ 条件下用EDTA标准溶液滴定钙离子，计算 CaF_2 含量。

操作步骤：

称取0.20g试样于100mL烧杯中，加入10mL含钙乙酸，低温加热3分钟，保温2分钟，过滤洗涤。

不溶物以盐酸-硼酸-硫酸混合酸加热分解，定容至250mL。

分取25mL滤液，调节 pH 至12.5，加入钙指示剂，用0.02mol/L EDTA标准溶液滴定至绿色荧光消失为终点。

2. 蒸馏-电位滴定法（GB/T 5195.1-2017）

适用范围： CaF_2 含量 $\geq 90\%$ 的高纯度萤石矿。

原理：试样在 $135^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 下用水蒸气蒸馏，氟以HF形式被氢氧化钠吸收，用氟离子选择电极电位滴定氟量，计算 CaF_2 含量。

（二）碳酸盐含量测定

EDTA滴定法（GB/T 5195.2-2006）

适用范围：碳酸盐含量（以 CaCO_3 计）0.10%~3.00%的萤石矿。

原理：试样以盐酸溶解，释放 CO_2 后，用EDTA标准溶液滴定钙离子，计算碳酸盐含量。

操作步骤：

称取0.50g试样于250mL锥形瓶中，加入50mL水及10mL盐酸（1+1），加热至微沸驱尽 CO_2 。

冷却后加入10mL三乙醇胺掩蔽干扰离子，调节pH至12.5，加入CMP混合指示剂，用0.02mol/L EDTA标准溶液滴定至绿色荧光消失为终点。

2. 酸碱滴定法（GB/T 5195.2-2006）

适用范围：碳酸盐含量（以 CaCO_3 计） $\geq 0.040\%$ 的萤石矿。

原理：试样以盐酸溶解，释放 CO_2 后，用氢氧化钠标准溶液回滴过量盐酸，计算碳酸盐含量。

（三）白云石中碳酸钙专项测定（专利方法）

针对含白云石萤石矿，采用特定浓度盐酸（10mL浓盐酸+170~250mL水）浸取，分离白云石与萤石中的碳酸钙，通过EDTA滴定法测定总钙含量，扣除被浸取的 CaF_2 量后，计算碳酸钙质量分数。

5 质量控制与数据处理

重复性限：同一分析人员对同一试样进行两次独立测定，结果差值应符合GB/T 5195.1-2017中表1规定的重复性限（如 CaF_2 含量 $\geq 90\%$ 时，重复性限 $r=0.50\%$ ）。

再现性限：不同实验室对同一试样测定，结果差值应符合GB/T 5195.1-2017中表2规定的再现性限（如 CaF_2 含量 $\geq 90\%$ 时，再现性限 $R=0.80\%$ ）。

数值修约：按GB/T 8170-2008规定修约至小数点后两位。

六、安全与环保要求

实验过程中产生的废酸、废液需中和处理后排放，符合GB 8978-1996《污水综合排放标准》。

使用氢氟酸（HF）时需在通风橱内操作，佩戴防毒面具及耐酸手套。

6 报告格式

检测报告应包含以下内容：

试样名称、编号及来源；

测定方法及依据标准；

测定结果及重复性限；

分析人员、审核人员签名及日期；

实验室名称及地址。