



中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 5217—2005

代替 YB/T 5217—1997

萤石

Fluorspar

2005-11-28 发布

2006-06-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准代替 YB/T 5217—1997《萤石》。

本标准与 YB/T 5217—1997 相比主要修改如下：

- 增加了萤石精矿及萤石块矿中砷和有机物的含量要求；
- 调整了萤石精矿的粒度要求；
- 调整了萤石块矿粒度的下限；
- 调整了萤石块矿粒度的上限；
- 纠正了干态精矿水分含量的错误；
- 增加了附录 A“氢化物原子荧光光度法测定萤石中的砷含量”和附录 B“四氯化碳萃取重量法测定萤石中的有机物含量”。

本标准的附录 A、附录 B 为规范性附录。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由冶金工业信息标准研究院归口。

本标准起草单位：中国非金属矿工业协会萤石专业委员会、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人：杨少尉、刘春玲、应杭永、吴法灯、祝舟波、高建平。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 8216—1987, YB/T 5167—1993, YB/T 5143—1993；
- GB 10321—1988, YB/T 5217—1993, YB/T 5217—1997。

萤 石

1 范围

本标准规定了萤石产品的牌号、技术要求、试验方法、检验规则、包装、标志、运输、贮存和质量证明书。

本标准适用于化工、冶金、建材及机械等行业用的萤石精矿、块矿和粉矿。

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 2007.7 散装矿产品取样、制样通则 粒度测定方法—手工筛分法
- GB/T 2008 散装氟石取样、制样方法
- GB/T 5195.1 萤石 氟化钙含量的测定
- GB/T 5195.2 萤石 碳酸盐含量的测定
- GB/T 5195.3 萤石 105℃质损量的测定 重量法
- GB/T 5195.5 萤石 总硫含量的测定 燃烧碘量法
- GB/T 5195.6 萤石 磷含量的测定
- GB/T 5195.8 萤石 二氧化硅含量的测定
- GB/T 5195.10 萤石 铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法
- GB/T 8170 数值修约规则
- YB/T 5142 冶金矿产品包装、标志、运输、贮存和质量证明书

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

萤石精矿 fluospar choice

经过浮选的酸级矿石，粒度符合表 5 的萤石精矿。

3.2

萤石块矿 fluospar lump

粒度符合表 5 的称为萤石块矿(包括加工的)。

3.3

萤石粉矿 fluospar fines

未经过浮选的天然的(包括粒度加工的)矿石，粒度符合表 5 的萤石粉矿。

4 分类与牌号

4.1 分类

萤石的牌号按萤石的生产工艺、主要用途和化学成分分为三类：萤石精矿、萤石块矿和萤石粉矿，萤石精矿 FC-97 又按不同用途分为 A、B、C 三级。

4.2 牌号

牌号表示方法:取自英文字首,前面的F表示萤石,C表示精矿;L表示块矿;F表示粉矿。数字表示CaF₂质量百分数。如表1所示。

表1 类型及牌号

类 型	牌 号
萤石精矿 FC	FC-98 FC-97A FC-97B FC-97C FC-95 FC-93
萤石块矿 FL	FL-98 FL-97 FL-95 FL-90 FL-85 FL-80 FL-75 FL-70 FL-65
萤石粉矿 FF	FF-98 FF-97 FF-95 FF-90 FF-85 FF-80 FF-75 FF-70 FF-65

5 技术要求

5.1 化学成分

5.1.1 萤石精矿的化学成分应符合表2的规定。

表2 萤石精矿的化学成分

牌 号	化学成分,%						
	CaF ₂ 不小于	SiO ₂ 不大于	CaCO ₃ 不大于	S 不大于	P 不大于	As 不大于	有机物 不大于
FC-98	98.0	0.6	0.7	0.05	0.05	0.0005	0.1
FC-97A	97.0	0.8	1.0	0.05	0.05	0.0005	0.1
FC-97B	97.0	1.0	1.2	0.05	0.05	0.0005	0.1
FC-97C	97.0	1.2	1.2	0.05	0.05	0.0005	0.1
FC-95	95.0	1.4	1.5	—	—	—	—
FC-93	93.0	2.0	—	—	—	—	—

5.1.2 萤石块矿的化学成分应符合表3的规定。

表3 萤石块矿的化学成分

牌 号	化学成分,%					
	CaF ₂ 不小于	SiO ₂ 不大于	S 不大于	P 不大于	As 不大于	有机物 不大于
FL-98	98.0	1.5	0.05	0.03	0.0005	0.1
FL-97	97.0	2.5	0.08	0.05	0.0005	0.1
FL-95	95.0	4.5	0.10	0.06	—	—
FL-90	90.0	9.3	0.10	0.06	—	—
FL-85	85.0	14.3	0.15	0.06	—	—
FL-80	80.0	18.5	0.20	0.08	—	—
FL-75	75.0	23.0	0.20	0.08	—	—
FL-70	70.0	28.0	0.25	0.08	—	—
FL-65	65.0	32.0	0.30	0.08	—	—

5.1.3 萤石粉矿的化学成分应符合表 4 的规定。

表 4 萤石粉矿的化学成分

牌 号	化学成分, %	
	CaF ₂ 不小于	Fe ₂ O ₃ 不大于
FF-98	98.0	0.2
FF-97	97.0	0.2
FF-95	95.0	0.2
FF-90	90.0	0.2
FF-85	85.0	0.3
FF-80	80.0	0.3
FF-75	75.0	0.3
FF-70	70.0	—
FF-65	65.0	—

5.2 粒度要求

萤石的粒度要求应符合表 5 的规定。

表 5 萤石的粒度

分 类	萤石精矿(FC)	萤石块矿(FL)		萤石粉矿(FF)
粒度要求	通过 0.154mm 筛孔的萤石量不小于 80%	6mm~200mm <6mm, ≤5% >200mm, ≤10%	最大粒度 250mm	0~6mm
注:需方对粒度有特殊要求时,可由双方协商确定,并在合同中注明。				

5.3 水分含量

萤石精矿按其水分含量分为干态精矿和湿态精矿,干态精矿水分含量应不大于 0.50%,湿态精矿水分含量应不大于 10.0%。

5.4 其它

萤石产品中不允许混入外来杂物。

6 试验方法

- 6.1 萤石中氟化钙含量的测定按 GB/T 5195.1 的规定进行。
- 6.2 萤石中氧化硅含量的测定按 GB/T 5195.8 的规定进行。
- 6.3 萤石中碳酸钙含量的测定按 GB/T 5195.2 的规定进行。
- 6.4 萤石中硫含量的测定按 GB/T 5195.5 的规定进行。
- 6.5 萤石中磷含量的测定按 GB/T 5195.6 的规定进行。
- 6.6 萤石中三氧化二铁含量的测定按 GB/T 5195.10 的规定进行。
- 6.7 萤石中砷含量的测定按附录 A 的规定进行。
- 6.8 萤石中有机物含量的测定按附录 B 的规定进行。
- 6.9 萤石粒度的测定按 GB/T 2007.7 的规定进行。
- 6.10 萤石水分含量测定按 GB/T 5195.3 的规定进行。

6.11 试验结果的数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

7 检验规则

7.1 组批规则

萤石产品以同一牌号一次交货量为一批或供需双方协商确定批量,每批为一检验单位。

7.2 取样和制样

7.2.1 散装萤石产品的取样和制样应符合 GB/T 2008 的规定。

7.2.2 袋装萤石产品的取样:从每批产品中抽取 10%(或供需双方协商确定)的袋作为样袋。每样袋中提取不少于净重 0.02% 的样品作为份样,将所取的份样合成为大样,充分混匀后用四分法缩分至 200g。将试样分为两份,一份供分析用,一份作留样保存 6 个月以上,以备核查。

7.3 验收与复验

7.3.1 萤石产品的质量由供方质量技术监督部门负责检验,检验结果按技术要求进行判定。

7.3.2 需方对产品质量有异议时,应在收货之日起 15 个工作日以内向供方提出,并由双方会同重新取样复验,按复验结果判定质量。如需仲裁,有关事宜由双方商定。

8 包装、标志、运输、贮存和质量证明书

8.1 干态萤石精矿产品,每袋净重为 50kg 或 1000kg,亦可按需方要求包装;湿态萤石精矿包装,每袋净重 1000kg 或散装。

8.2 除上述规定外,产品的包装、标志、运输、贮存和质量证明书应按 YB/T 5142 的规定进行。

附录 A

(规范性附录)

氢化物原子荧光光度法测定萤石中的砷含量

A.1 范围

本附录规定了氢化物原子荧光光度法测定萤石中砷含量的方法。

本方法适用于萤石中 0.0001%~0.0200%(m/m)砷含量的测定。

A.2 方法提要

试料用王水分解,在盐酸[$(\text{HCl})=10\%$]介质中,以硫脲-抗坏血酸为还原掩蔽剂,砷与硼氢化钾生成砷化氢气体,以氩气作载体导入电热石英炉,火焰中的氢基与砷化氢碰撞解离成自由砷原子,以砷无极放电灯作光源,测量砷的荧光强度,与标准系列对照,测定砷量。

A.3 试剂

A.3.1 王水(1+1):75mL 盐酸($\rho=1.18\text{g/mL}$)与 25mL 硝酸($\rho=1.40\text{g/mL}$)混合后,加入 100mL 水搅匀(配置比例要准确),现用现配。

A.3.2 盐酸(1+1)。

A.3.3 盐酸(1+9)。

A.3.4 硫脲-抗坏血酸混合溶液:称取 5g 硫脲和 5g 抗坏血酸,溶于 100mL 水中,现用现配。

A.3.5 硼氢化钾溶液 $\rho(\text{KBH}_4)=8\text{g/L}$;称取 8g 硼氢化钾,置于预先放有 0.2g 氢氧化钠的水中,溶解后用水稀释至 1000mL,摇匀,用脱脂棉过滤备用,过滤后的溶液可稳定 2d~3d。

A.3.6 砷标准贮存溶液:称取 0.1320g 预先在 105℃ 烘 2h 的三氧化二砷(优级纯),置于 100mL 烧杯中,加入 8mL 氢氧化钠溶液 [$\rho(\text{NaOH})=20\text{g/L}$],搅拌使其溶解,用硫酸(1+1)中和至微酸性,移入 1000mL 容量瓶中,加入 100mL 盐酸($\rho=1.18\text{g/mL}$),用水稀至刻度,摇匀。此溶液 1mL 含 0.000100g (100 μg)砷。

A.3.7 砷标准溶液:移取 10.00mL 砷标准贮存溶液(A.3.6)于 500mL 容量瓶中,用盐酸(A.3.3)稀释至刻度,摇匀。此溶液 1mL 含 0.000002g(2 μg)砷。

A.4 仪器

A.4.1 原子荧光光度计。

A.4.2 砷无极放电灯。

A.5 分析步骤

A.5.1 试料

试样粒度应小于 0.097mm,在烘箱中于 105℃ 烘 2h,置于干燥器中冷却至室温。

称取 0.1000g~0.5000g 试料,精确至 $\pm 0.0001\text{g}$ ~ $\pm 0.0003\text{g}$ 。

根据砷的含量:0.0001%~0.0010%(1 $\mu\text{g/g}$ ~10 $\mu\text{g/g}$)分取相当 0.2000g 试样溶液;0.0010%~0.0050%(10 $\mu\text{g/g}$ ~50 $\mu\text{g/g}$)分取相当 40mg 试样溶液;0.0050%~0.0100%(50 $\mu\text{g/g}$ ~100 $\mu\text{g/g}$)分取相当 20mg 试样溶液;0.0100%~0.0200%(100 $\mu\text{g/g}$ ~200 $\mu\text{g/g}$)分取相当于 10mg 试样溶液。

A.5.2 空白实验

随同试料做空白试验。

A.5.3 校正试验

随同试料进行同类型标准试样的分析。

A.5.4 测定

A.5.4.1 将试料(A.5.1)置于 50mL 带塞比色管中,用少量水吹洗管壁,加入 10mL 王水(A.3.1),将底

部试料摇散(不要使试料粘附在比色管内壁上),不带塞在沸水浴中加热分解 2h~3h,其间摇动数次,不使试样结底。取下冷却,用盐酸(A. 3. 3)稀释至刻度,塞紧管塞,摇匀,放置澄清。

A. 5. 4. 2 根据试样中砷含量,分取试料溶液(A. 5. 4. 1)置于 50mL 容量瓶中,加入 10mL 硫脲-抗坏血酸混合溶液(A. 3. 4),用盐酸(A. 3. 3)稀释至刻度,摇匀,放置 20min。

A. 5. 4. 3 调节仪器参数使之处于测量砷的最佳条件,测量试料溶液(A. 5. 4. 2)砷的荧光强度。从工作曲线上查得砷量(标准溶液分移取体积应与试料溶液移取体积相同)。

A. 5. 5 工作曲线的绘制

移取 0、0. 50mL、1. 00mL、2. 00mL、3. 00mL、4. 00mL、5. 00mL 砷标准溶液(A. 3. 7),分别置于一组 50mL 容量瓶中,加入 10mL 盐酸(A. 3. 2)和 10mL 硫脲-抗坏血酸混合溶液(A. 3. 4),用水稀释至刻度,摇匀,放置 20min,以下步骤按(A. 5. 4. 3)进行,以砷量为横坐标,荧光强度为纵坐标,绘制工作曲线。

A. 6 结果的计算

按下式计算砷的含量:

$$w(\text{As})(\mu\text{g}/\text{g}) = \frac{(m_1 - m_0) \times V \times 100\%}{m \times V_1 \times 10^6}$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得试料溶液砷量的数值,单位为微克(μg);

m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验(A. 5. 2)试料溶液砷量的数值,单位为微克(μg);

V ——试料溶液总体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——分析试料溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

注:由于各种型号的设备工作条件不同,因此本附录中不设置统一的工作条件。

附录 B

(规范性附录)

四氯化碳萃取重量法测定萤石中的有机物含量

B.1 范围

本附录规定了四氯化碳萃取重量法测定萤石中的有机物含量。

本方法适用于萤石中 0.01% 以上有机物含量的测定。本方法所测有机物系指残留在萤石精矿中的浮选药剂。

B.2 方法提要

试样用稀盐酸和四氯化碳混合液萃取处理,经减压过滤,除去不溶物,分出溶有被测物的有机物,蒸发除去四氯化碳,称量残渣。

B.3 试剂

B.3.1 盐酸(1+15)。

B.3.2 四氯化碳。

B.4 仪器

B.4.1 减压过滤装置:包括直径为 80mm 的布氏漏斗和 500mL 的抽滤瓶。

B.4.2 250mL 的分液漏斗。

B.4.3 250mL 的小口试剂瓶。

B.5 操作步骤

B.5.1 试样量

干燥试样 50g~100g(精确至 0.1g)。

B.5.2 空白试验

随同试样做空白试验。所用试剂须取自同一瓶试剂。

B.5.3 测定

B.5.3.1 在布氏漏斗中配上合适的两层中速定性滤纸,用水润湿,装好减压过滤装置。

B.5.3.2 将试样置于试剂瓶(B.4.3)中,加入 60mL 盐酸(B.3.1)和 40mL 四氯化碳(B.3.2),塞上内塞,旋紧瓶盖,剧烈振摇 15min~20min,立即减压过滤,用 10mL 盐酸(B.3.1)冲洗试样瓶,使试样-四氯化碳-盐酸混合物转移至漏斗上,用 30mL 四氯化碳(B.3.2)分三次洗涤残渣,再以 10mL 盐酸(B.3.1)洗涤一次。将滤液转入分液漏斗中(B.4.2),用少量盐酸(B.3.1)冲洗抽滤瓶二至三次,洗液并入分液漏斗。静止分层。将下层有机物通过滤纸(利于除去水分)收集于已在 80℃ 恒量的 100mL 烧杯中。将烧杯置水浴上蒸发至干,仔细擦净烧杯外壁,于 80℃ 烘箱中干燥 5min,在干燥器中冷却,称至恒量。

B.6 结果的计算

按下式计算有机物的百分含量:

$$\text{有机物}(\%) = \frac{M_1 - M_0}{M} \times 100$$

式中:

M_0 ——空白试验残渣量,单位为克(g);

M_1 ——试样测定残渣量,单位为克(g);

M ——试样量,单位为克(g)。

中华人民共和国黑色冶金
行业标准
萤石

YB/T 5217—2005

*

冶金工业出版社出版发行
北京北河沿大街嵩祝院北巷39号

邮政编码:100009

北京兴华印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 19 千字

2006年11月第一版 2006年11月第一次印刷

*

统一书号:155024·137 定价:15.00元