

9 允许差

实验室之间铝含量分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1

%

铝含量(质量分数)	允 许 差
3.00~6.00	0.25
>6.00~12.00	0.30

10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 鉴别试料、实验室和分析日期等资料；
- b) 遵守本部分规定的程度；
- c) 分析结果及其表示；
- d) 测定中观察到的异常现象；
- e) 对分析结果可能有影响而本部分未包括的操作或者任选的操作。



中华人民共和国国家标准

GB/T 4701.6—2008
代替 GB/T 4701.6—1984

GB/T 4701.6—2008

钛铁 铝含量的测定 EDTA 滴定法

Ferrotitanium—Determination of aluminum content—
EDTA titrimetric method



GB/T 4701.6—2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-32272

定价: 10.00 元

2008-05-13 发布

2008-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钛铁 铝含量的测定 EDTA 滴定法
GB/T 4701.6—2008

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2008年7月第一版 2008年7月第一次印刷

*
书号: 155066·1-32272 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

7 分析步骤

7.1 试料量

称取 0.25 g 试料,精确至 0.000 1 g。

7.2 空白试验

随同试料进行空白试验。

7.3 测定

7.3.1 试料溶液的制备

将试料(7.1)置于铂金皿中,以少量水润湿试料,加入 5 mL 硝酸(4.2),小心滴加 5 mL 氢氟酸(4.3),加热溶解后,加入 15 mL 硫酸(4.9),加热至刚冒硫酸烟,取下稍冷,用水冲洗铂金皿,继续加热至硫酸冒烟,取下稍冷,用热水洗入 500 mL 烧杯中,加入 5 mL 盐酸(4.4),加入 15 mL 水,加热溶解盐类。

若含残渣用中速定量滤纸过滤于 500 mL 烧杯中,用热盐酸(4.8)洗涤铂皿及残渣各 4 次~5 次,再用热水洗涤残渣至无酸性,保留滤液作为主液。将残渣及滤纸置于铂坩埚中灰化后,移入 600℃~700℃ 高温炉中灼烧 2 min,取出,冷却,加入 2 g~3 g 硫酸氢钠(4.1),再置于 600℃~700℃ 高温炉中熔融至透明,并保持 5 min,取出,冷却,用 5 mL 盐酸(4.7)浸出熔块,以水洗净铂坩埚,浸出液与主液合并。

7.3.2 六次甲基四胺分离

将试料溶液(7.3.1)体积调整至 100 mL~150 mL,煮沸,取下,用氨水(4.6)调至 pH=3,加入 3 滴~4 滴盐酸(4.7),加入 20 mL 六次甲基四胺溶液(4.10),加热微沸并保温(80℃~90℃)15 min~20 min。取下,用中速滤纸过滤,用热六次甲基四胺洗液(4.11)洗烧杯及沉淀 5 次~8 次,将沉淀用热水洗入原烧杯中,用 15 mL 热盐酸(4.7)反复冲洗至滤纸无黄色,再用热水洗滤纸 5 次~8 次。

7.3.3 强碱分离

将溶液(7.3.2)加入 3 mL~5 mL 硝酸(4.2),煮沸,体积调整至 80 mL~100 mL,用氢氧化钠溶液(4.12)调出沉淀后,一次性过加 40 mL,加入热水至体积约 300 mL,在煮沸条件下,一滴一滴加入 1 mL~2 mL 过氧化氢(4.5),煮沸至过氧化氢分解完全,体积控制在 250 mL 以下,取下冷却,移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,用双层中速滤纸干过滤,弃去初滤液。

7.3.4 酸度调整及滴定

移取滤液(7.3.3)100.00 mL(铝含量>8.00%时取 50.00 mL)于 500 mL 三角瓶中,加入比理论计算值过量 10 mL~15 mL 的 EDTA 标准滴定溶液(4.18.1),加入 3 滴对硝基酚指示剂溶液(4.10),用氨水(4.6)和盐酸(4.7)调至黄色刚退,过加 2 滴盐酸(4.7),加入 20 mL 缓冲溶液(4.14),煮沸 3 min,取下,加入 5 mL 苦杏仁酸溶液(4.15),摇动 10 s,加入 5 滴~6 滴 PAN 指示剂溶液(4.19),用硫酸铜标准滴定溶液(4.17.1)滴定至紫红色,再加入 25 mL 氟化钠溶液(4.13),煮沸 1 min,立即取下,用硫酸铜标准滴定溶液(4.17.1)滴定至紫红色为终点。

8 结果的计算

按式(3)计算试料中铝的含量(质量分数):

$$\omega(\text{Al})(\%) = \frac{T(V_5 - V_6)}{1\,000 \times m \cdot r} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

T ——EDTA 标准滴定溶液对铝的滴定度,mg/mL;

V_5 ——加入氟化钠后滴定试料溶液消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积,mL;

V_6 ——空白试验消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积,mL;

m ——试料量,g;

r ——试液的分取比。

1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此标准溶液 1 mL 含 1.00 mg 铝。

4.16.2 移取铝标准溶液(4.16.1)100.00 mL 于 200 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此标准溶液 1 mL 含 0.50 mg 铝。

4.17 硫酸铜标准滴定溶液,0.010 mol/L。

4.17.1 配制:称取 5.00 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)于 250 mL 烧杯中,加入约 100 mL 水,加入 2 滴硫酸(1+4),溶解后,以水稀释至 2 000 mL,混匀。

4.17.2 标定:移取 20.00 mL EDTA 标准滴定溶液(4.18)于 500 mL 三角瓶中,加入 50 mL 水,加入 3 滴对硝基酚指示剂溶液(4.20),用盐酸(4.7)和氨水(4.6)调至黄色刚退,过加 2 滴盐酸(4.7),加入 20 mL 缓冲溶液(4.14)煮沸 3 min,取下,加入 5 mL 苦杏仁酸溶液(4.15),摇动 10 s,加入 5 滴~6 滴 PAN 指示剂溶液(4.19),用硫酸铜标准滴定溶液(4.17),滴定至紫红色为终点。

按式(1)计算硫酸铜标准滴定溶液换算为 EDTA 标准溶液的体积比系数:

$$K = \frac{V_1}{V_2} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_1 ——移取 EDTA 标准滴定溶液的体积,mL;

V_2 ——滴定时消耗硫酸铜标准溶液的体积,mL;

K ——硫酸铜标准滴定溶液换算为 EDTA 标准滴定溶液的体积比系数。

4.18 EDTA(二水合乙二胺四乙酸二钠)标准滴定溶液,0.010 mol/L:

4.18.1 配制:称取 EDTA 7.45 g 于 250 mL 烧杯中,加入约 100 mL 水,加热溶解后,以水稀释至 2 000 mL,混匀。

4.18.2 标定:移取 20.00 mL 铝标准溶液(4.16.2)三份于 500 mL 三角瓶中,加入 50 mL 水,加入 50 mL EDTA 标准滴定溶液(4.18.1),加入 3 滴对硝基酚指示剂溶液(4.20),用氨水(4.6)和盐酸(4.7)调至黄色刚退,过量加 2 滴盐酸(4.7),加入 20 mL 缓冲溶液(4.14)煮沸 3 min,取下,加入 5 mL 苦杏仁酸溶液(4.15),摇动 10 s,加入 5 滴~6 滴 PAN 指示剂溶液(4.19),用硫酸铜标准滴定溶液(4.17.1),滴定至紫红色,再加入 25 mL 氟化钠溶液(4.13),煮沸 1 min,立即取下,用硫酸铜标准滴定溶液(4.17.1)滴定至紫红色为终点。

随同标定进行空白试验。

按式(2)计算 EDTA 标准滴定溶液对铝的滴定度:

$$T = \frac{20.00 \times 0.5000}{K(V_3 - V_4)} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

T ——EDTA 标准滴定溶液对铝的滴定度,mg/mL;

V_3 ——加入氟化钠后消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积,当三份的极差不大于 0.1 mL 时取平均值,mL;

V_4 ——空白试验加入氟化钠后消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积,mL;

K ——硫酸铜标准滴定溶液换算为 EDTA 标准滴定溶液的体积比系数。

4.19 PAN 指示剂溶液,5 g/L,乙醇溶液配制。

4.20 对硝基酚指示剂溶液,5 g/L,乙醇溶液配制。

5 仪器

分析中使用通常的实验室仪器和设备。

6 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样,试样应通过 0.125 mm 筛孔。

前 言

本部分代替 GB/T 4701.6—1984《钛铁化学分析方法 8-羟基喹啉容量法测定铝量》。

本部分与 GB/T 4701.6—1984 相比较,主要进行了以下技术修改:

——试料量由 0.50 g 调整为 0.25 g;

——采用硝酸、氢氟酸、硫酸分解试料,残渣进行回收处理代替盐酸、硝酸分解试料;

——采用盐酸—六次甲基四胺分离干扰元素,代替 8-羟基喹啉分离干扰元素的过程;

——采用 EDTA 滴定法代替加入过量的溴酸钾标准滴定溶液,再加入碘化钾生成碘,以淀粉为指示剂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定的方法。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由冶金工业信息标准研究院归口。

本部分起草单位:中钢集团吉林铁合金股份有限公司。

本部分主要起草人:高玉敏、刘冰、袁萍、张光荣。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4701.6—1984。