

ICS 73.060  
D 42



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 3257.1—1999

GB/T 3257.1—1999

## 铝土矿石化学分析方法 EDTA 滴定法测定氧化铝量

Methods for chemical analysis of bauxite—  
Determination of aluminium oxide content—  
EDTA titrimetric method

中华人民共和国  
国家标准  
铝土矿石化学分析方法  
EDTA 滴定法测定氧化铝量  
GB/T 3257.1—1999

\*

中国标准出版社出版  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045  
电话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售  
版权专有 不得翻印

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 7 千字  
2000年2月第一版 2000年2月第一次印刷  
印数 1—1 000

\*

书号: 155066·1-16428 定价 8.00 元

\*

标目 398—08



GB/T 3257.1—1999

1999-08-30 发布

2000-04-01 实施

国家质量技术监督局 发布

3.17 二甲酚橙指示剂溶液(5 g/L):将 0.5 g 二甲酚橙溶于 20 mL 水中,加 80 mL 乙醇,混匀。一周内有效。

3.18 铝标准溶液:

3.18.1 将金属铝屑(99.99%)置于 100 mL 烧杯中,加 25 mL 水和 25 mL 盐酸(3.5)加热煮沸 5~10 min 取下,倾去溶液后用水充分洗净,再用无水乙醇洗 3 次,置于垫有滤纸的表皿上放入 105~110℃ 的烘箱中烘干 5 min。取出,置于干燥器中冷却。

3.18.2 称取 0.158 8 g 预先处理过的铝屑(3.18.1)于盛有 10 mL 氢氧化钠溶液(3.7)的塑料瓶中,盖上表皿,待全部溶解后,倒入预先盛 30 mL 盐酸(3.5)的烧杯中,用热水洗净塑料杯,洗涤液并入烧杯中,冷却至室温。将溶液移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液每毫升含 0.000 6 g 氧化铝。

3.19 乙酸铅标准滴定溶液:将 2.98 g 乙酸铅[Pb(C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>O<sub>2</sub>)<sub>2</sub>·3H<sub>2</sub>O]溶于 500 mL 水中,加 5.0 mL 冰乙酸,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

3.19.1 按下述方法标定乙酸铅标准滴定溶液的滴定度:

分取 20.00 mL 氧化铝标准溶液(3.18.2)于 300 mL 锥形瓶中,加 5 mL EDTA 溶液(3.9),加 2 滴溴甲酚绿指示剂溶液(3.16),先滴加氢氧化钠溶液(3.8)至溶液变蓝,继续滴加盐酸(3.5)至溶液变黄,再用氢氧化钠溶液(3.8)中和至刚出现蓝色。以下按 5.3.3 操作进行滴定。

3.19.2 按下列公式计算滴定度:

$$T = 0.012 0/V \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $T$ ——乙酸铅标准溶液对氧化铝的滴定度, g/mL;

$V$ ——滴定时所用乙酸铅标准溶液的体积, mL;

0.012 0——标定时所用氧化铝的量, g。

## 4 试样

4.1 样品应通过 74  $\mu$ m 筛。

4.2 分析前应在 105~110℃ 烘干 2 h,置于干燥器中,冷却至室温。

## 5 分析步骤

### 5.1 测定次数

对同一试样应独立地进行三次测定,取其平均值。

### 5.2 试料量

称取 0.25 g 试样,精确至 0.000 1 g。

### 5.3 测定

5.3.1 试料分解用下述任一方法。

5.3.1.1 将试料(5.2)放入 30 mL 铂坩埚中,加 1.7 g 无水碳酸钠(3.1),加 0.8 g 硼酸(3.2),用铂丝搅匀,盖上坩埚盖,置于 100℃ 高温炉中,升温至 1 000℃ 熔融 20 min,取出稍冷。

5.3.1.2 向坩埚中加入沸水,加热至近沸使溶块全部溶解,将溶液移入 250 mL 烧杯中,坩埚用热水冲洗二次后,再用 3 mL 盐酸(3.6)和热水充分洗净。洗涤液并入烧杯中,向烧杯中加 20 mL 盐酸(3.4),盖上表皿,置冷水槽中冷却至室温。将溶液移入 250 mL 容量瓶中,用水洗净烧杯,洗液并入容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.3.1.3 将试料(5.2)放入 30 mL 银坩埚中,加 3 g 氢氧化钠(3.3)。置于 720℃ 的高温炉中,熔融 15~20 min。取出坩埚,稍冷。

5.3.1.4 把坩埚放入玻璃漏斗( $\phi$  70 mm)中,用热水将试料洗入已加有 40 mL 盐酸(3.5)的 250 mL 容量瓶中,用热水洗净坩埚,加 5 mL 盐酸(3.6)洗净坩埚,用热水再次洗涤坩埚及漏斗,摇匀溶液使熔块

## 前 言

本标准按 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第 1 单元:标准的起草与表述规则 第 1 部分:标准编写的基本规定》和 GB/T 1.4—1988《标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定》的有关规定编写。

本标准参照原 GB/T 3257.1—1982,对分析方法作了如下修改:试样用氢氧化钠-过氧化钠熔融分解改为用碳酸钠-硼酸熔融分解或氢氧化钠熔融分解。

本标准从生效之日起,同时代替 GB/T 3257.1—1982。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所、郑州轻金属研究院负责起草。

本标准起草单位:山西铝厂。

本标准主要起草人:黄安平、贺誉清。