



# 中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 109.3—2012

代替 YB/T 109.3—1997

## 硅钡合金 铝含量的测定 EDTA 滴定法

Silicon barium alloy—Determination of aluminium content  
—The EDTA titrimetric method

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本部分按照 GB/T 1.1—2009 的要求进行编写。

本部分是对 YB/T 109.3—1997《硅钡合金化学分析方法 EDTA 容量法测定铝量》的修订。

本部分代替 YB/T 109.3—1997《硅钡合金化学分析方法 EDTA 容量法测定铝量》。

本部分与 YB/T 109.3—1997 比较,主要变化如下:

——采用碳酸钠—硼酸混合熔剂代替焦硫酸钾分解酸不溶残渣;

——采用盐酸—六次甲基四胺溶液代替乙酸—乙酸铵溶液作为滴定体系的缓冲溶液;

——采用一次性快速加入氢氧化钠溶液强碱分离代替小体积强碱分离;

——采用 2,4-二硝基酚代替对硝基酚指示调节加入 EDTA 时的酸度;

——采用二甲酚橙作指示剂的锌标准滴定溶液的滴定体系代替 Cu—PAN 作指示剂的铜标准滴定溶液的滴定体系;

——采用试液分取比系数 0.4 代替试液分取比  $r$ 。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁及铁合金标准化技术委员会(SAC/TC318)归口。

本部分起草单位:四川川投峨眉铁合金(集团)有限责任公司、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人:唐华应、方艳、吴翠萍、薛秀萍、陈自斌。

本部分所代替部分的历次版本发布情况为:

——YB/T 109.3—1997。

## 硅钡合金 铝含量的测定 EDTA 滴定法

**警告**——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

本部分规定了用 EDTA 滴定法测定硅钡合金中的铝含量。

本部分适用于硅钡合金中铝含量的测定。测定范围(质量分数):0.50%~5.00%。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的,凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

### 3 原理

试料用硝酸、氢氟酸分解,高氯酸冒烟驱氟,酸不溶残渣用碳酸钠—硼酸熔融。经六次甲基四胺和氢氧化钠强碱两次分离干扰元素后,在微酸性溶液中加入过量的 EDTA,在 pH 值 4.5~5.5 以二甲酚橙为指示剂,用锌标准滴定溶液滴定过量的 EDTA 后,用氟离子置换出与铝配合的 EDTA,再用锌标准滴定溶液滴定。根据锌标准滴定溶液的消耗量计算得出试样中铝的含量。

### 4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

- 4.1 混合熔剂,2份无水碳酸钠和1份硼酸研细混匀。
- 4.2 硝酸, $\rho$ 1.42g/mL。
- 4.3 盐酸, $\rho$ 1.19g/mL。
- 4.4 高氯酸, $\rho$ 1.67g/mL。
- 4.5 氢氟酸, $\rho$ 1.15g/mL。
- 4.6 盐酸,1+1。
- 4.7 盐酸,1+2。
- 4.8 盐酸,2+98。
- 4.9 氨水,1+1。
- 4.10 六次甲基四胺溶液,250g/L。贮于塑料瓶中。
- 4.11 六次甲基四胺溶液,5g/L。贮于塑料瓶中。
- 4.12 盐酸—六次甲基四胺溶液,pH=5.0~5.5。称取40g六次甲基四胺溶于50mL水,加入20mL盐酸(4.6),用水稀释至100mL,混匀。
- 4.13 氢氧化钠溶液,500g/L。贮于塑料瓶中。
- 4.14 氟化钠饱和溶液,贮于塑料瓶中。
- 4.15 铝标准溶液,0.5000mg/mL。称取0.5000g现刮削去除表面氧化物的高纯金属铝( $\geq 99.99\%$ )于400mL聚四氟乙烯烧杯中,加入10mL氢氧化钠溶液(4.13)、100mL水,在电热板上缓慢加热溶解完全后,取下冷却。用盐酸(4.3)中和至沉淀溶解并过量10mL,冷却至室温,移入1000mL容量瓶中,用盐酸