

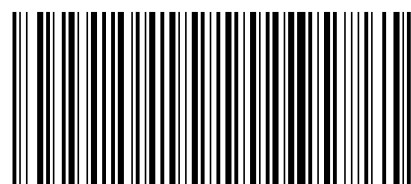
8 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 试样；
- b) 本标准号；
- c) 分析结果及其表示；
- d) 与基本分析步骤的差异；
- e) 测定中观察到的异常现象；
- f) 试验日期。

钛铁矿精矿化学分析方法
第4部分：氧化铝量的测定
EDTA 滴定法

Methods of chemical analysis for ilmenite concentrate—
Part 4: Determination of aluminum oxide content—
EDTA titration



YS/T 360.4—2011

版权专有 侵权必究

*

书号：155066·2-23692

定价：14.00 元

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

水冷至室温。补加 1~2 滴二甲酚橙溶液(3.12),用锌标准滴定溶液(3.15)滴定至紫红色即为终点,记下消耗的体积 $V(\text{mL})$ 。

5.4.2 氧化镁低于 1%,氧化钙低于 2%的试料

5.4.2.1 预先称取 4.0 g 氢氧化钠(3.1)于 30 mL 镍坩锅中,在高温炉中除去水分,取出稍冷。将试料(5.1)置于坩锅中,再加入 0.5 g~1 g 过氧化钠(3.2),移入 750 °C 高温炉中熔融 10 min~12 min。取出,冷却。

5.4.2.2 用滤纸擦净坩锅外壁,置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,以下按 5.4.1.5~5.4.1.6 条进行。

6 分析结果的计算

氧化铝的含量以氧化铝的质量分数 $w_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ 计,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{c \cdot (V - V_0) \times 101.96}{m_0 \times 1000 \times 2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- c —— 锌标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔/升(mol/L);
 - V —— 滴定试液所消耗锌标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 - V_0 —— 滴定随同试料所做空白所消耗锌标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 - m_0 —— 移取试液相当于试料的质量,单位为克(g);
 - 101.96 —— 氧化铝的摩尔质量,单位为克/摩尔(g/mol)。
- 计算结果表示到小数点后两位。

7 精密度

7.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果差的绝对值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%。重复性限(r)按表 1 数据采用线性内插法求得。

表 1

氧化铝的质量分数/%	0.56	1.73	2.68	3.62	4.94
重复性限 r /%	0.075	0.14	0.22	0.28	0.32

7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

氧化铝量/%	允许差/%
0.50~1.00	0.10
>1.00~3.00	0.30
>3.00~5.00	0.40

中华人民共和国有色金属
行业标准
钛铁矿精矿化学分析方法
第 4 部分:氧化铝量的测定
EDTA 滴定法

YS/T 360.4—2011

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946

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
2012 年 6 月第一版 2012 年 6 月第一次印刷

*

书号:155066·2-23692 定价 14.00 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)68510107

容量瓶中,加入 2~3 滴甲基橙溶液(3.11),缓慢滴加氨水(3.5)至溶液呈黄色,再滴加盐酸(3.6)至溶液呈红色并过量 5~6 滴,用水稀释至刻度,混匀。

4 试样

- 4.1 试样粒度应不大于 90 μm 。
4.2 试样需预先在 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 烘 2 h,置于干燥器中冷至室温。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 0.200 g 试样,精确至 0.000 1 g。

5.2 测定次数

独立地进行三次测定,取其平均值。

5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 钙镁含量高的试料

5.4.1.1 预先称取 4.0 g 氢氧化钠(3.1)于 30 mL 镍坩埚中,在高温炉中除去水分,取出稍冷,将试料(5.1)置于此坩埚中,移入 750 $^{\circ}\text{C}$ 高温炉中熔融 10 min~12 min。取出,冷却。

5.4.1.2 用滤纸擦净坩埚外壁,置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,盖上表面皿。用 70 mL 盐酸(3.6)浸取并用热水洗净坩埚,煮沸 3 min~5 min,稍冷。

5.4.1.3 在试液(5.4.1.2)中加入 4 mL 六次甲基四胺溶液(3.7),在搅拌下加入 10 mL 氨水(3.4),控制溶液体积约 170 mL。加入 4~5 滴甲基橙溶液(3.11),滴加氨水(3.4)至溶液恰呈黄色,滴加盐酸(3.6)至溶液由黄色变成红色并过量 4~5 滴。在搅拌下加入 20 mL 六次甲基四胺溶液(3.7),煮沸 1 min~2 min,取下。待沉淀沉降后,用快速滤纸过滤,用热的氯化铵洗涤液(3.8)洗涤烧杯 4~5 次,洗涤沉淀 8~10 次。

5.4.1.4 将滤纸连同沉淀(5.4.1.3)移入原镍坩埚中,置于约 200 $^{\circ}\text{C}$ 高温炉内灰化,取出,稍冷。加入 4.0 g 氢氧化钠(3.1),烘去水分,置于 750 $^{\circ}\text{C}$ 高温炉内熔融 8 min~10 min 至熔融物呈红色流体状。取出,冷却。用滤纸擦净坩埚外壁。将坩埚置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中。

5.4.1.5 沿烧杯嘴加入沸水,浸取熔融物,用热水洗出坩埚,加入 1 mL~2 mL 乙醇(3.3),煮沸 2 min~3 min。取下,以流水冷至室温。移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。用双层慢速定量滤纸干过滤于 250 mL 塑料杯中。

5.4.1.6 移取 50.00 mL 滤液(5.4.1.5),置于 300 mL 烧杯中,加入 1~2 滴甲基橙溶液(3.11),滴加盐酸(3.6)至溶液呈红色并过量 1 mL~2 mL,加入 3 mL 硫酸亚铁铵溶液(3.9)。加入 10 mL~20 mL EDTA 溶液(3.10),滴加氨水(3.5)至溶液呈黄色,再滴加盐酸(3.6)至溶液变成微红色并过量 2~4 滴,加热至近沸,取下。滴加氨水(3.5)至溶液再呈黄色,加入 10 mL 缓冲溶液(3.14)。混匀,煮沸 2 min~3 min,取下,以流水冷至室温。加入 4~5 滴二甲酚橙溶液(3.12),用锌标准滴定溶液(3.15)滴定至紫红色为终点(不计读数)。加入 20 mL 氟化钠溶液(3.13),混匀,煮沸 2 min~3 min。取下,以流

前 言

YS/T 360《钛铁矿精矿化学分析方法》分为六个部分:

- 第 1 部分:二氧化钛量的测定 硫酸铁铵滴定法;
- 第 2 部分:全铁量的测定 重铬酸钾滴定法;
- 第 3 部分:氧化亚铁量的测定 重铬酸钾滴定法;
- 第 4 部分:氧化铝量的测定 EDTA 滴定法;
- 第 5 部分:二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法;
- 第 6 部分:氧化钙、氧化镁、磷量的测定 等离子体发射光谱法。

本部分为 YS/T 360 第 4 部分。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准起草单位:遵义钛业股份有限公司、金川集团有限公司、云南新立有色金属有限公司、抚顺钛业有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本标准主要起草人:向伦强、罗霖、杨学新、喻生洁、张江峰、张健、庄军。