

高钛渣、金红石化学分析方法 第 5 部分：氧化铝量的测定 EDTA 滴定法

Methods for chemical analysis of high titanium slag and rutile—
Part 5: Determination of aluminium oxide content—
EDTA titration

中华人民共和国有色金属
行业标准
高钛渣、金红石化学分析方法
第 5 部分：氧化铝量的测定
EDTA 滴定法
YS/T 514.5—2009

*
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
2010 年 3 月第一版 2010 年 3 月第一次印刷

*
书号：155066·2-20584 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)68533533



YS/T 514.5-2009

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

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 0.2 g 试样, 精确至 0.000 1 g。

5.2 测定次数

做 3 份试料的平行测定, 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 氧化镁不低于 1%, 氧化钙不低于 2% 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 8 min~10 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 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(3.5)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(3.7)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 镍坩埚中, 在高温炉中除去水分, 取出稍冷。将试料(5.1)置于坩埚中, 再加入 0.5 g~1 g 过氧化钠(3.2), 移入 750 $^{\circ}\text{C}$ 高温炉中熔融 8 min~10 min。取出, 冷却。

5.4.2.2 用滤纸擦净坩埚外壁, 置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中, 以下按 5.4.1.5 和 5.4.1.6 进行。

前 言

YS/T 514《高钛渣、金红石化学分析方法》分为 10 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: 硫量的测定 高频红外吸收法;

——第 4 部分: 二氧化硅量的测定 称量法、钼蓝分光光度法;

——第 5 部分: 氧化铝量的测定 EDTA 滴定法;

——第 6 部分: 一氧化锰量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 7 部分: 氧化钙、氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 8 部分: 磷量的测定 铈钼蓝分光光度法;

——第 9 部分: 氧化钙、氧化镁、一氧化锰、磷、三氧化二铬和五氧化二钒量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法;

——第 10 部分: 碳量的测定 高频红外吸收法。

本部分为 YS/T 514 的第 5 部分。

本部分代替 YS/T 514.8—2006《高钛渣、金红石化学分析方法 EDTA 容量法测定氧化铝》。

本部分与 YS/T 514.8—2006 相比, 主要变化如下:

——将溶解样品部分中使用的银坩埚改为镍坩埚, 将氢氧化钠熔融试料改为氢氧化钠-过氧化钠熔融试料;

——将熔融时间由 10 min~15 min 改为 8 min~10 min;

——将 0.400 0 g 称样量定容于 200 mL 改为 0.200 0 g 称样量定容于 100 mL;

——增加了重复性限试验以及增加了质量保证与控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位: 遵义钛业股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位: 金川集团有限公司、抚顺钛业有限公司。

本部分主要起草人: 张瑾洁、余家华、马克安、喻生洁、庄军、马玉萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4102.8—1983;

——YS/T 514.8—2006。