

明矾石矿石铝含量的测定 容量法

GB 4581.5—84

Alunite ores—Determination of aluminium content
—Volumetric method

调整为: HG/T 2957.5-1984

1 适用范围

本标准规定用氟盐取代EDTA容量法测定明矾石矿石中5%以上的氧化铝含量。

2 有关标准

GB 4581.1—84《明矾石矿石分析方法通则》。

GB 4581.2—84《明矾石矿石分析试样采取和制备方法》。

3 方法提要

试样采用碱熔,使铁、钛等干扰元素以沉淀分离除去。加入过量的EDTA,与铝等离子络合,在pH≈6时,用乙酸锌溶液滴定过量的EDTA,然后加入氟化钠,使被EDTA所络合的铝离子转变为氟铝络离子,并释放出等当量的EDTA,再用乙酸锌溶液滴定释出的EDTA,计算氧化铝的含量。

4 试剂和溶液

4.1 氢氧化钠 (GB 629—81)。

4.2 过氧化钠。

4.3 盐酸 (GB 622—77) (比重1.19): 1 + 1。

4.4 硝酸 (GB 626—78) (比重1.42)。

4.5 冰乙酸 (GB 676—78) (比重1.05)。

4.6 氨水 (GB 631—77) (比重0.90): 1 + 1。

4.7 氟化钠 (GB 1264—77): 4%, 贮于塑料瓶中。

4.8 对硝基苯酚: 0.2%的乙醇溶液。

4.9 二甲酚橙: 0.5%的乙醇溶液。称取0.5克二甲酚橙溶于20毫升水中,加80毫升乙醇,摇匀,贮于棕色瓶中。

4.10 无水乙醇 (GB 678—78)。

4.11 乙酸铵 (GB 1292—77)。

4.12 乙酸-乙酸铵缓冲溶液 (pH≈6): 称取300克乙酸铵,溶于500毫升水中,过滤,加入冰乙酸(4.5) 12.3毫升,用水稀释至1000毫升,摇匀。

4.13 铝片。

4.14 铝标准溶液: 每毫升含氧化铝1.000毫克。

准确称取0.5293克铝片(4.13)(需除去氧化膜)于150毫升烧杯中,加入王水20毫升,在电热板上加热溶解,冷却后移入1000毫升容量瓶内,用水稀释至刻度,摇匀。

4.15 乙二胺四乙酸二钠 (GB 1401—78) (EDTA): 约0.02M。

4.16 乙酸锌 (HG 3—1098—77): 约0.02M。

4.16.1 配制

称取4.4克乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 溶于水中, 加入冰乙酸 (4.5) 2 毫升, 用水稀释至1000毫升, 摇匀。

4.16.2 标定

吸取铝标准溶液20毫升于500毫升三角瓶中, 加入0.02MEDTA溶液30毫升, 以下操作同5.2。

4.16.3 滴定度的计算

乙酸锌溶液对氧化铝的滴定度 (T) 按式 (1) 计算:

$$T = \frac{W}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中: T ——乙酸锌溶液对氧化铝的滴定度, 克/毫升;

W ——吸取铝标准溶液中所含氧化铝的重量, 克;

V ——乙酸锌溶液的体积, 毫升。

5 测定手续

5.1 称取0.2克试样, 均匀铺在银坩埚或镍坩埚中, 滴加少量无水乙醇润湿试样, 上面盖4克氢氧化钠 (4.1)、0.2克过氧化钠 (4.2), 将坩埚置于马弗炉内, 从低温升至650~700℃熔融15~20分钟 (在650℃取出摇动坩埚一次)、取出冷却。将坩埚放入150毫升烧杯中, 加热水50毫升, 盖上表面皿, 加热浸出熔块, 用热水洗出坩埚, [如溶液呈绿色, 加乙醇 (4.10) 5~6滴] 煮沸片刻。冷却后移入100毫升容量瓶内, 用水稀释至刻度, 摇匀, 立刻干过滤。

5.2 吸取50毫升滤液于500毫升三角瓶中, 加入EDTA溶液 (4.15) 30~40毫升, 然后用水稀释至150毫升左右, 加入对硝基苯酚指示剂溶液 (4.8) 2~3滴, 用盐酸溶液 (4.3) 快速中和至黄色消失, 加入pH≈6的乙酸-乙酸铵缓冲溶液 (4.12) 10毫升, 加热煮沸2~3分钟。取下冷却至室温。加入二甲酚橙指示剂溶液 (4.9) 3~4滴, 用乙酸锌溶液 (4.16) 滴定至溶液由黄色变为红色 (不计读数)。加入氟化钠溶液 (4.7) 20毫升, 摇匀后, 加热煮沸2~3分钟, 取下冷却至室温。补加二甲酚橙指示剂溶液 (4.9) 1~2滴, 用乙酸锌溶液 (4.16) 滴定至溶液由黄色变为红色为终点。

6 结果的表示和计算

氧化铝 (Al_2O_3) 的百分含量 (X_3) 按式 (2) 计算:

$$X_3 = \frac{V \cdot T \times \frac{V_1}{V_2}}{W} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中: V_1 ——测定溶液的总体积, 毫升;

V_2 ——分取溶液的体积, 毫升;

V ——乙酸锌溶液的体积, 毫升;

T ——乙酸锌溶液对氧化铝的滴定度, 克/毫升;

W ——试样重量, 克。

7 容许差

氧化铝含量, %	容许差 (绝对值), %
≤20.00	0.20
>20.00	0.25

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部提出，由化学工业部化工矿山设计研究院归口。

本标准由化学工业部化工矿山设计研究院负责起草。

本标准主要起草人程懋梅。

自本标准实施之日起，原化学工业部部标准HG 1—353—66《明矾石统一分析方法》作废。