

中华人民共和国化工行业标准

UDC 549.761.3

: 543.06

天青石矿石中铝含量的测定
EDTA 容量法

HG/T 2958.9-1988 (1997)

代替 GB 9018.9-88

Celestite ores - Determination of aluminium
content - EDTA volumetric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了 EDTA 容量法测定天青石矿石中的铝含量。

本标准适用于氧化铝含量大于 0.5% 的天青石矿石产品。

2 方法提要

试样经碱熔融, 水浸取, 铝呈可溶性偏铝酸盐分离后, 加入过量的 EDTA 溶液, 在 $\text{pH} \approx 5.8$ 的溶液中以二甲酚橙为指示剂, 用锌标准溶液滴定过量的 EDTA, 加氟化钠置换出与铝络合的 EDTA, 再用锌标准溶液滴定。

3 试剂和溶液

3.1 氢氧化钠 (GB 629-81);

3.2 过氧化钠;

3.3 磷酸三钠 (HG 3-1292-80);

3.4 盐酸: (GB 622-77): 1+1 溶液;

3.5 盐酸: 1+9 溶液;

3.6 氨水 (GB 631-77): 1+1 溶液;

3.7 冰乙酸: (GB 676-78);

3.8 冰乙酸: 1+1 溶液;

3.9 无水乙醇 (GB 678-78);

3.10 乙酸钠 ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) (GB 693-77);

3.11 氯化铵 (GB 658-77);

3.12 刚果红试纸;

3.13 氟化钠 (GB 1264-77): 4% 溶液。称取 4g 氟化钠溶于 100ml 水中, 滴加冰乙酸 (3.8) 至溶液 pH 为 5.5~6。贮于塑料瓶中;

3.14 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) (GB 1401-78): $c(\text{EDTA}) = 0.04\text{mol/L}$ 溶液;

3.15 乙酸锌 (HG 3-1098-77);

3.16 乙酸锌溶液: $c[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}] = 0.04\text{mol/L}$ 。称取 4.4g 乙酸锌 (3.15) 溶于 500ml 水中, 滴加冰乙酸 (3.8) 至溶液 pH 为 5.5~6;

3.17 二甲酚橙: 0.5% 溶液。称取 0.5g 二甲酚橙溶于 50ml 水中, 加 50ml 无水乙醇 (3.9), 摇匀, 贮于棕色瓶中;

中华人民共和国化学工业部 1988-03-21 批准

1988-12-01 实施

3.18 乙酸-乙酸钠缓冲溶液 (pH≈5.8): 称取 200g 乙酸钠 (3.10) 溶于 500ml 水中, 加 9ml 冰乙酸 (3.7), 用水稀释至 1000ml, 摇匀;

3.19 氧化铝标准溶液: $c(\frac{1}{2}\text{Al}_2\text{O}_3) = 0.01200\text{mol/L}$ 。称取 0.3238g 除去表面氧化物的金属铝 (99.90%) 于烧杯中, 加 20ml 盐酸 (3.4), 在电热板上加热溶解完全后, 取下, 冷却, 移入 1000ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀;

3.20 乙酸锌标准溶液: $c[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}] = 0.012\text{mol/L}$;

3.20.1 配制: 称取 2.64g 乙酸锌 (3.15) 溶于 200ml 水中, 加 2ml 冰乙酸 (3.7), 用水稀释至 1000ml, 摇匀。

3.20.2 标定: 吸取 20.00ml 氧化铝标准溶液 (3.19) 于 250ml 烧杯中, 以下按分析步骤 5.2、5.3 条进行。

3.20.3 浓度的计算: 乙酸锌标准溶液的浓度 (c) 按式 (1) 计算。

$$c = \frac{c_1 V_1}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中: c_1 ——氧化铝标准溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——吸取氧化铝标准溶液的体积, ml;

V ——滴定时消耗乙酸锌标准溶液的体积, ml。

4 试样

试样通过 0.075mm 筛 (GB 6003-85), 于 105~110℃ 烘至恒重, 置于干燥器中冷却至室温。

5 分析步骤

5.1 称取 0.2~0.3g 试样 (称准至 0.0002g), 于银坩埚中, 加 3g 氢氧化钠 (3.1), 0.5g 磷酸三钠 (3.3), 少许过氧化钠 (3.2), 盖上坩埚盖 (留一缝隙), 将坩埚置于马弗炉中, 由低温升至 300℃, 停留 10min, 继续升至 700~750℃, 保持 30min, 取出冷却。将坩埚置于 250ml 聚四氟乙烯烧杯中, 用 50ml 热水浸取, 待溶块脱落后, 用热水和少量盐酸 (3.5) 洗净坩埚, 加热煮沸 2min。冷却后移入 100ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。放置片刻, 用双层中速滤纸干滤。吸取 50.00ml 滤液于 250ml 烧杯中。

5.2 加 10ml EDTA 溶液 (3.14), 用水稀释至 100ml。加 8~10ml 盐酸 (3.4), 投入一小片刚果红试纸, 滴加氨水 (3.6) 中和至刚果红试纸变红。加 10ml 乙酸-乙酸钠缓冲溶液 (3.18), 加热煮沸 2~3min, 取下冷却至温热, 加 2~3 滴二甲酚橙指示液 (3.17), 逐滴加入乙酸锌溶液 (3.16) 至近终点, 再用乙酸锌标准溶液 (3.20) 继续滴定至溶液呈紫红色 (不计读数)。

5.3 加 10ml 氟化钠溶液 (3.13), 煮沸 2~3min, 取下冷却至温热, 补加 1~2 滴二甲酚橙指示液 (3.17), 用乙酸锌标准溶液 (3.20) 滴定至溶液呈紫红色为终点。

同时作空白试验。

6 分析结果的计算

氧化铝 (Al_2O_3) 的百分含量 (X) 按式 (2) 计算:

$$X = \frac{c(V_1 - V_0) \times 0.05098}{m \times \frac{50}{100}} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中: V_0 ——滴定空白试验溶液消耗乙酸锌标准溶液的体积, ml;

V_1 ——滴定试液消耗乙酸锌标准溶液的体积, ml;

c ——乙酸锌标准溶液的浓度, mol/L;

m ——试样的质量, g。

0.05098——1.00ml 乙酸锌标准溶液 [$c[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}] = 1.000\text{mol/L}$] 相当于氧化铝的质量, g。

7 允许差

同一实验室内测定结果的差值应小于下表中所示值。

氧 化 铝 (Al_2O_3)	允 许 差 %
0.50~1.00	0.10
>1.00~5.00	0.15
>5.00	0.20

附加说明:

本标准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。

本标准主要起草人闵玉瑶、辜丽华。