



中华人民共和国国家标准

GB/T 8704.8—94

钒铁化学分析方法 铬天青S光度法和EDTA 容量法测定铝量

Methods for chemical analysis of ferrovanadium
The chromazurol S photometric method and
EDTA volumetric method for determination
of aluminium content

1994-09-26 发布

1995-06-01 实施

国家技术监督局 发布

(京)新登字 023 号

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钒 铁 化 学 分 析 方 法
铬天青 S 光度法和 EDTA
容量法测定铝量
GB/T 8704.8—94

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码: 100045

电 话: 8522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 11 千字
1995 年 5 月第一版 1995 年 5 月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066·1-11437 定价 8.00 元

*

标 目 262—18

中华人民共和国国家标准

钒铁化学分析方法
铬天青 S 光度法和 EDTA
容量法测定铝量

GB/T 8704.8—94

Methods for chemical analysis of ferrovanadium
The chromazurol S photometric method and
EDTA volumetric method for determination
of aluminium content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了以下两个方法测定钒铁中铝量。方法 I：铬天青 S 光度法，测定范围：0.10%~0.80%；方法 II：EDTA 容量法，测定范围：0.50%~3.50%。

2 方法 I 铬天青 S 光度法

2.1 方法提要

试样用硝酸分解，硫酸冒烟处理，过滤，滤液作主液保存。残渣灰化后用硫酸和氢氟酸除去二氧化硅，继用焦硫酸钾熔融，合并于主液中。用铜铁试剂和三氯甲烷萃取除去钒、铁等杂质。经硫酸冒烟、硝酸处理后，在盐酸羟胺存在下，用六次甲基四胺调节 pH 值，铝与铬天青 S 形成有色络合物，于分光光度计，波长 550 nm 处，测其吸光度。

2.2 试剂

2.2.1 焦硫酸钾。

2.2.2 三氯甲烷。

2.2.3 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

2.2.4 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

2.2.5 硝酸(1+1)。

2.2.6 硫酸(1+1)。

2.2.7 硫酸(1+60)。

2.2.8 硫酸(1+200)。

2.2.9 氨水(1+1)。

2.2.10 铜铁试剂溶液(60 g/L)：用时配制，过滤后使用。

2.2.11 六次甲基四胺溶液(400 g/L)。

2.2.12 盐酸羟胺溶液(80 g/L)。

2.2.13 铬天青 S 溶液(0.6 g/L)。

2.2.14 铝标准溶液

2.2.14.1 称取 0.100 0 g 高纯金属铝置于 300 mL 锥形瓶中，加入 80 mL 盐酸(1+1)于低温电热板上

国家技术监督局 1994-09-26 批准

1995-06-01 实施

加热至溶解完全,冷却,转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铝。

2.2.14.2 移取 25.00 mL 铝标准溶液(2.2.14.1)于 500 mL 容量瓶中,加入 2 mL 盐酸(1+1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 铝。

2.2.15 2,4-二硝基酚溶液(2 g/L)。

2.3 试样

试样应通过 0.177 mm 筛孔。

2.4 分析步骤

2.4.1 试料量

按表 1 称取试样。

表 1

铝量, %	称样量, g
0.10~0.35	0.250 0
>0.35~0.80	0.100 0

2.4.2 空白试验

随同试样做空白试验。

2.4.3 测定

2.4.3.1 将试样(2.4.1)置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(2.2.5),盖上表面皿。于低温电热板缓慢加热分解至无明显反应。取下,用水将表面皿上的液滴洗入相应的烧杯中。加入 15 mL 硫酸(2.2.6),继续加热至冒硫酸烟约 10 min(注意溅失)取下,放冷后,加入约 30 mL 水,加热溶解可溶性盐类。用定量中速滤纸过滤,以温水洗涤滤纸和残渣至无酸、收集滤液于 250 mL 烧杯中,作为主液保存。

2.4.3.2 将过滤后所得残渣和滤纸一同移入铂坩埚中,干燥、灰化后,冷却,加入 5 滴硫酸(2.2.6)润湿残渣,滴入约 3 mL 氢氟酸(2.2.3),于电热板上蒸发至冒尽硫酸烟,取下,冷却。加入 1.0 g 焦硫酸钾(2.2.1),于 700 $^{\circ}\text{C}$ 马弗炉内熔至残渣全熔,取出冷却后,以主液(2.4.3.1)浸提熔块,用水洗净铂坩埚,将溶液浓缩、冷却至室温,转移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

2.4.3.3 移取 10.00 mL 溶液(2.4.3.2)于 60 mL(或 100 mL、120 mL)分液漏斗中,加入 10 mL 铜铁试剂溶液(2.2.10)和 15 mL 三氯甲烷(2.2.2),立即振荡 1~2 min,静置分层后,弃去有机相;每次加入 10 mL 三氯甲烷(2.2.2),重复萃取操作,直到有机相无色,再加入 10 mL 三氯甲烷(2.2.2)萃取,弃去有机相。

2.4.3.4 将水相(2.4.3.3)移入 200 mL 烧杯中,用少量水洗涤分液漏斗内壁并合并于烧杯中,低温加热至刚冒硫酸烟,取下,立即沿杯壁加入 2~3 mL 硝酸(2.2.4),继续加热至冒硫酸烟,取下,稍冷,再加入 2~3 mL 硝酸(2.2.4),继续加热至冒硫酸烟,取下,冷却,加入 30 mL 水,加热溶解盐类,取下,冷却至室温,转移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

2.4.3.5 移取 25.00 mL 溶液(2.4.3.4)于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 水,滴入 2 滴 2,4-二硝基酚溶液(2.2.15),用氨水(2.2.9),调至溶液呈黄色,再以硫酸(2.2.7)调至恰好无色,并过加 2.0 mL 硫酸(2.2.8),加入 5.00 mL 铬天青 S 溶液(2.2.13)、2 mL 盐酸羟胺溶液(2.2.12),再加入 5.0 mL 六次甲基四胺溶液(2.2.11),立即转移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,放置 10 min。

2.4.3.6 移取部分溶液(2.4.3.5)于 1 cm 吸收皿中,用随同试样空白溶液为参比,在分光光度计波长 550 nm 处,测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的铝量。

2.4.4 工作曲线的绘制

移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 铝标准溶液(2.2.14.2)分别于一组 100 mL 烧杯中,用水稀释至 35 mL。以下按分析步骤 2.4.3.5 和 2.4.3.6 进行,测出吸光度后,以铝量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

2.5 分析结果的计算

按公式(1)计算铝的百分含量:

$$\text{Al}(\%) = \frac{m_1}{mr} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的铝量, g;

m ——试料的质量, g;

r ——试液的分取比。

2.6 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

%

铝 量	允许差
0.10~0.30	0.03
>0.30~0.50	0.04
>0.50~0.80	0.05

3 方法Ⅱ EDTA 容量法

3.1 方法提要

试样用硝酸和盐酸溶解, 过滤出不溶残渣, 以碳酸钠和硼酸混合熔剂熔融后, 浸出与滤液合并, 用氯化钡和氢氧化钠沉淀铁、钒等杂质元素而与铝分离。在 pH3.0±0.2 的酸度下, 以过量的 EDTA 络合铝, 在 Cu-EDTA 存在下, 用 PAN 为指示剂, 以硫酸铜标准溶液回滴过量的 EDTA, 根据标准溶液的消耗量, 计算铝的百分含量。

3.2 试剂

3.2.1 混合熔剂: 200 g 无水碳酸钠与 100 g 硼酸研细混匀。

3.2.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2.3 盐酸(1+1)。

3.2.4 盐酸(1+50)。

3.2.5 硝酸(1+1)。

3.2.6 氯化钡溶液(250 g/L)。

3.2.7 氢氧化钠溶液(500 g/L)。

3.2.8 2,4-二硝基酚溶液(2 g/L)。

3.2.9 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH3.0±0.2): 称取 12.0 g 无水乙酸钠于 500 mL 烧杯中, 加水溶解后, 加入 280.0 mL 冰乙酸(ρ 1.05/mL), 移入 1 000 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。

3.2.10 铝标准溶液(0.000 2 g/mL)。

3.2.10.1 称取 1.000 0 g 高纯金属铝, 置于 300 mL 锥形瓶中, 加入 150 mL 盐酸(3.2.3), 低温加热溶解后, 取下, 冷却至室温, 移入 500 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 0.002 g 铝。

3.2.10.2 移取 50.00 mL 铝标准溶液(3.2.10.1)于 500 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 0.000 2 g 铝。

3.2.11 硫酸铜标准溶液 [$c(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0.01 \text{ mol/L}$]

3.2.11.1 配制: 称取 2.496 8 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)置于 300 mL 烧杯中, 加水溶解后, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。

3.2.11.2 标定: 移取 20.00 mL EDTA 标准溶液(3.2.12)三份分别置于 300 mL 锥形瓶中。随同标定做试剂空白试验。加入 50 mL 水、20 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(3.2.9), 加热至沸, 取下, 趁热加入 7~8

滴 PAN 指示剂(3.2.14),用硫酸铜标准溶液(3.2.11)滴定至紫红色。三份 EDTA 标准溶液(3.2.12)所消耗的硫酸铜标准溶液(3.2.11)的体积的极差值不超过 0.05 mL 时,取其平均值(否则、应重新标定)。

按公式(2)计算硫酸铜标准溶液换算为 EDTA 标准溶液的体积比例系数:

$$K = \frac{V_1}{V_2 - V_0} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: K ——硫酸铜标准溶液换算为 EDTA 标准溶液的体积比例系数;

V_1 ——移取 EDTA 标准溶液的体积, mL;

V_2 ——滴定时所消耗硫酸铜标准溶液体积的平均值, mL;

V_0 ——滴定试剂空白所消耗硫酸铜标准溶液体积的平均值, mL。

3.2.12 EDTA(二水合乙二胺四乙酸二钠)标准溶液(0.01 mol/L)

3.2.12.1 配制:称取 3.722 6 g EDTA,置于 300 mL 烧杯中,加水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.2.12.2 标定:移取 20.00 mL 铝标准溶液(3.2.10)三份。分别置于 300 mL 烧杯中。随同标定做试剂空白试验。加入 180 mL 水,3 滴 2,4-二硝基酚溶液(3.2.8)用氢氧化钠溶液(100 g/L)中和至黄色,再用盐酸(3.2.3)中和至恰好无色,并过量 1 滴,加入 20 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(3.2.9)、2.0 mL Cu-EDTA 溶液(3.2.13)和 7~8 滴 PAN 指示剂(3.2.14),加热煮沸 1 min,取下,以下按分析步骤 3.4.3.5 进行。三份铝标准溶液。(3.2.10)所消耗 EDTA 标准溶液(3.2.12)实际体积的极差值不超过 0.05 mL 时,取其平均值(否则,应重新标定)。

按公式(3)计算 EDTA 标准溶液对铝的滴定度:

$$T = \frac{0.000\ 2 \times V}{(V_3 - KV_4) - (V_{03} - KV_{04})} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: T ——EDTA 标准溶液对铝的滴定度, g/mL;

V ——移取铝标准溶液的体积, mL;

V_3 ——加入 EDTA 标准溶液的体积, mL;

V_4 ——滴定时消耗硫酸铜标准溶液的体积, mL;

$(V_3 - KV_4)$ ——标定时所消耗 EDTA 标准溶液的实际体积的平均值, mL;

V_{03} ——试剂空白试验加入 EDTA 标准溶液的体积, mL;

V_{04} ——滴定试剂空白时所消耗硫酸铜标准溶液的体积, mL;

$(V_{03} - KV_{04})$ ——滴定试剂空白时所消耗 EDTA 标准溶液的实际体积的平均值, mL;

K ——硫酸铜标准溶液换算为 EDTA 溶液的体积比例系数。

3.2.13 Cu-EDTA 溶液:移取 20 mL 硫酸铜标准溶液(0.05 mol/L),置于 100 mL 锥形瓶中,用乙酸钠溶液(400 g/L)调至 pH=5~6,加入 5 滴 PAN 指示剂(3.2.14),加热至 60~70 °C,取下,以 EDTA 标准溶液(0.025 mol/L)滴定至紫红色恰变为绿色为终点,冷却,即为 Cu-EDTA 溶液。

3.2.14 PAN 指示剂(2 g/L):称取 0.2 g [1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚]指示剂,溶于 100 mL 乙醇中。

3.3 试样

试样应通过 0.177 mm 筛孔。

3.4 分析步骤

3.4.1 试料量

称取 0.500 0 g 试样。

3.4.2 空白试验

随同试样做空白试验。

3.4.3 测定

3.4.3.1 将试样(3.4.1)置于 300 mL 烧杯中,加入 20 mL 水、5 mL 盐酸(3.2.3)和 15 mL 硝酸(3.2.5),盖上表面皿,低温加热使试样溶解至无反应。取下,用温热盐酸(3.2.4)将表面皿洗净后取出,以定量中速滤纸过滤于 300 mL 烧杯内,并将酸不溶物转移到滤纸上,用温热的盐酸(3.2.4)洗净烧杯,并将酸不溶物和滤纸洗至无铁离子,再用温水洗至无酸,滤液作为主液保存。

3.4.3.2 将过滤后所得到的酸不溶物残渣连同滤纸置于 30 mL 铂钳锅中,干燥、灰化后,取出,加入 5 g 混合熔剂(3.2.1),于 1 000℃马弗炉内熔融 5 min,使残渣完全熔融、取出,冷却,滴加盐酸(3.2.3),并加热浸取熔块与主液(3.4.3.1)合并。

3.4.3.3 向溶液(3.4.3.2)中加入 15 mL 氯化钡溶液(3.2.6),用水调至 150 mL,加热煮沸 1~2 mL,取下,稍冷,在不断搅拌下,一次快速加入 40 mL 氢氧化钠溶液(3.2.7),加热煮沸 3~5 min,取下,冷却至室温,移取 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,用中速定量滤纸干过滤。

3.4.3.4 移取 100.00 mL 滤液(3.4.3.3),置于 300 mL 烧杯中,用水稀释至约 220 mL,加入 3 滴 2,4-二硝基酚溶液(3.2.8),5~6 mL 盐酸(3.2.2),再用盐酸(3.2.3)中和至恰好无色,并过量 1 滴。加入 20 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(3.2.9),2.0 mL Cu-EDTA 溶液(3.2.13)和 7~8 滴 PAN 指示剂(3.2.14),加热煮沸 1 min,取下。

3.4.3.5 趁热用 EDTA 标准溶液(3.2.12)滴定至溶液(3.4.3.4)由紫红色变为黄色,再过量加 2.00~3.00 mL,煮沸 10 min(为防暴沸,可在玻璃棒下压一小片定量滤纸),取下,立即以硫酸铜标准溶液(3.2.11)滴定至紫红色为终点。

3.5 分析结果的计算

按公式(4)计算铝的百分含量:

$$\text{Al}(\%) = \frac{T \cdot [(V_5 - KV_6) - (V_{05} - KV_{06})]}{m \cdot r} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中: T ——EDTA 标准溶液对铝的滴定度, g/mL;

V_5 ——试液中所加入 EDTA 标准溶液的体积, mL;

V_6 ——滴定试液所消耗硫酸铜标准溶液的体积, mL;

V_{05} ——试剂空白中加入 EDTA 标准溶液的体积, mL;

V_{06} ——滴定试剂空白所消耗硫酸铜标准溶液的体积, mL;

m ——试料的质量, g;

K ——硫酸铜标准溶液换算为 EDTA 标准溶液的体积比例系数;

r ——试液的分取比。

3.6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3

%

铝 量	允许差
0.50~0.80	0.05
>0.80~1.50	0.07
>1.50~2.50	0.10
>2.50~3.50	0.12

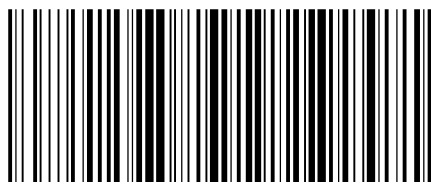
附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由峨嵋铁合金(集团)股份有限公司起草。

本标准主要起草人侯文质、唐华应、王玉生。

本标准水平等级标记 GB/T 8704.8—94 I



GB/T 8704.8-1994

版权专有 不得翻印

*

书号:155066·1-11437

定价: 8.00 元

*

标目 262—18