



中华人民共和国国家标准

GB/T 4333.5—1997

硅铁化学分析方法 EDTA 容量法测定铝量

Methods for chemical analysis of ferrosilicon
the EDTA volumetric method for the determination
of aluminium content

1997-11-11 发布

1998-05-01 实施

国家技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
硅铁化学分析方法
EDTA 容量法测定铝量
GB/T 4333.5—1997

*

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:68522112
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 9 千字
1998年5月第一版 1998年5月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066·1-14816 定价 8.00 元

*

标 目 337—17

前 言

本标准根据 GB 4333.5—84 修订而成,在技术内容上非等效采用 JISG 1312—1989 中 7.2 EDTA 容量法测定铝量。

本标准主要对允许差进行了修订。

本标准从生效之日起,同时代替 GB 4333.5—84。

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由冶金工业部信息标准研究院归口。

本标准起草单位:峨眉铁合金(集团)股份有限公司、马鞍山钢铁公司。

本标准主要起草人:侯文质、姚朔泉、鲍丽芬。

本标准 1984 年 4 月 9 日首次发布。

中华人民共和国国家标准

硅铁化学分析方法 EDTA 容量法测定铝量

GB/T 4333.5—1997

代替 GB 4333.5—84

Methods for chemical analysis of ferrosilicon
the EDTA volumetric method for the determination
of aluminium content

1 范围

本标准规定了用 EDTA 容量法测定硅铁中的铝量。

本标准适用于硅铁中铝量的测定。测定范围:0.60%~5.00%。

2 方法提要

试样用硝酸、氢氟酸分解,用高氯酸冒烟驱除去氟,滤出残渣后,滤液于 7 mol/L 盐酸介质中用甲基异丁酮将铁萃取除去。残渣用硫酸氢钠熔融,浸出并于主液中,用苯甲酸铵沉淀与钙锰分离,再以铜铁试剂分离钛,然后加入过量的 EDTA,在 pH5.5 的条件下,以 PAN 为指示剂,用硫酸铜标准溶液滴定过量的 EDTA,加入氟化钠释放与铝络合的 EDTA,再用硫酸铜标准溶液回滴,根据标准溶液的消耗量计算铝的百分含量。

3 试剂

- 3.1 硫酸氢钠(优级纯)。
- 3.2 氯化钠(优级纯)。
- 3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.4 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.5 盐酸(1+1)。
- 3.6 盐酸(1+4)。
- 3.7 盐酸(7+5)。
- 3.8 盐酸(1+99)。
- 3.9 盐酸(5+95)。
- 3.10 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。
- 3.11 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。
- 3.12 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。
- 3.13 氨水(ρ 0.90 g/mL),超纯。
- 3.14 氨水(1+1)。
- 3.15 氨水(1+4)。
- 3.16 甲基异丁酮。
- 3.17 铜铁试剂溶液(0.6 g/L),用时配制。

- 3.18 苯甲酸铵溶液(100 g/L)。
- 3.19 苯甲酸铵洗液:取 10 mL 苯甲酸铵溶液(3.18),2 mL 冰乙酸(ρ 1.05 g/mL),以水稀释至 100 mL,混匀。
- 3.20 乙酸铵溶液(200 g/L)。
- 3.21 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。
- 3.22 氟化钠饱和溶液。
- 3.23 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH5.5):称取 200 g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$),溶解于 500 mL 水中,加 9 mL 冰乙酸(ρ 1.05 g/mL)。以水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 3.24 对硝基酚溶液(0.02 g/L)。
- 3.25 PAN[1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚]乙醇溶液(1.0 g/L)。
- 3.26 铝标准溶液:称取 0.200 0 g 纯铝(99.99%),置于 250 mL 烧杯内,加入 30 mL 盐酸(3.5),加热溶解,如仍有不溶物可滴加硝酸助溶,煮沸溶解后,冷却,移入 1 000 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。
- 3.27 硫酸铜标准溶液 $c(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0.002 7 \text{ mol/L}$ 。
- 3.27.1 配制:称取 1.796 7 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)置于 300 mL 烧杯内,加水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 2~3 滴硫酸(3.12),以水稀释至刻度,混匀。
- 3.27.2 标定:移取 20.00 mL EDTA 标准溶液(3.28),置于 300 mL 烧杯内,加 60 mL 水、2 滴对硝基酚溶液(3.24),用盐酸(3.6)、氨水(3.14 和 3.15)调至黄色刚退去,加 20 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(3.23),加热煮沸取下,加 7~8 滴 PAN 乙醇溶液(3.25),用硫酸铜标准溶液(3.27)滴定至紫红色。

按公式(1)计算硫酸铜标准溶液相当于 EDTA 标准溶液的换算因数 f :

$$f = V_1/V_2 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: V_1 ——移取 EDTA 标准溶液的体积, mL;

V_2 ——滴定时消耗硫酸铜标准溶液的体积, mL。

- 3.28 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液 $c(\text{EDTA}) = 0.01 \text{ mol/L}$ 。
- 3.28.1 配制:称取 3.722 6 g EDTA 置于 300 mL 烧杯内,加水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。
- 3.28.2 标定:移取 20.00 mL 铝标准溶液(3.26),置于 300 mL 烧杯内,加入 30 mL 水、25.00 mL EDTA 标准溶液(3.28),煮沸 1 min,以下按 5.3.6 中加入 2 滴对硝基酚溶液(3.24)开始进行。

标定的同时做试剂的空白试验。

按公式(2) 计算 EDTA 标准溶液对铝的滴定度:

$$T = 0.000 2 \times V/f(V_3 - V_0) \quad \dots\dots\dots(2)$$

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 ——试液中加入氟化钠后回滴时所消耗硫酸铜标准溶液的体积, mL;

V_0 ——试剂空白试验中加入氟化钠后回滴时所消耗硫酸铜标准溶液的体积, mL;

f ——硫酸铜标准溶液相当于 EDTA 标准溶液的换算因数。

4 试样

试样应通过 0.125 mm 筛孔。

5 分析步骤

5.1 试样量

铝含量为 0.60%~1.10%称取 0.500 0 g 试样;1.10%~2.50%称取 0.250 0g 试样;大于 2.50%

称取 0.150 0 g 试样。

5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试样(5.1)置于铂皿中,用少量水湿润,加入 10 mL 硝酸(3.3),滴加 8 mL 氢氟酸(3.10),待作用停止后,加热至试样完全溶解,加入 8 mL 高氯酸(3.11),加热冒烟至干,稍冷,用水冲洗皿壁,再加 4 mL 高氯酸(3.11),继续加热冒烟至干。稍冷,加入 8 mL 盐酸(3.4),加热溶解盐类,加入 30 mL 热水,用慢速定量滤纸滤于 150 mL 锥形瓶中,用热盐酸(3.9)洗涤残渣及滤纸 7~8 次,再用水洗 2~3 次,保留残渣及滤纸。

5.3.2 将滤液加热蒸发至近干,加入 15 mL 盐酸(3.7),加热溶解盐类,冷却,用 5 mL 盐酸(3.7)冲洗入 60 mL 分液漏斗中,加入 20 mL 甲基异丁酮(3.16),振荡 1 min,静置分层后,水相放入原锥形瓶中,再于分液漏斗中加入 10 mL 盐酸(3.7),振荡 30 s,静置分层后,水相仍放入原锥形瓶中。弃去有机相。煮沸锥形瓶中溶液,蒸发除去残余的甲基异丁酮,加入 10 mL 硝酸(3.3)、5 mL 高氯酸(3.11),加热冒烟,用 0.2 g 氯化钠分次除铬,并蒸发至近干。加入 3 mL 硫酸(3.12),加热至冒硫酸烟,冷却,加入 10 mL 水,加热溶解盐类,冷却,移入 400 mL 烧杯内,此溶液为主液。

5.3.3 将残渣连同滤纸(5.3.1)置于铂坩埚中,炭化后,于 700℃ 的高温炉中灼烧 10 min,取出冷却,加入 2 g 硫酸氢钠(3.1),置于电炉上烘 10 min,放入高温炉中熔融至清亮,冷却,将熔块浸洗入主液中。

5.3.4 将溶液稀释至 150 mL,加入 10 mL 盐酸羟胺溶液(3.21),煮沸 1 min,取下,加入 10 mL 乙酸铵溶液(3.20),用氨水(3.14)调至 pH3~3.5(用精密 pH 试纸检查),加入 25 mL 苯甲酸铵溶液(3.18),于约 95℃ 处保温 15 min,趁热用中速定量滤纸过滤,用热的苯甲酸铵洗液(3.19)洗涤。沉淀连同滤纸放回原烧杯内,加入 20 mL 硝酸(3.3),8 mL 高氯酸(3.11),加热冒烟并蒸发至 2 mL,取下稍冷。

5.3.5 加入 20 mL 盐酸(3.5),加热溶解盐类,冷却,用水稀释至 100 mL,冷却至 15℃ 以下,在不断搅拌下滴加 10 mL 铜铁试剂溶液(3.17),放置 1~2 min,用慢速定量滤纸过滤,以盐酸(3.8)洗涤烧杯和沉淀,滤液中加入 10 mL 硝酸(3.3)、5 mL 高氯酸(3.11),加热冒烟至溶液约 3 mL,稍冷,加入 20 mL 水加热溶解盐类。

5.3.6 加入 EDTA 标准溶液(3.28)并约过量 5 mL,以水稀释至 60 mL,煮沸 1 min,加入 2 滴对硝基酚溶液(3.24),用氨水(3.14 和 3.15)、盐酸(3.6)调至溶液黄色刚退,加入 20 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(3.23),煮沸 3 min,加入 7~8 滴 PAN 乙醇溶液(3.25),立即用硫酸铜标准溶液(3.27)滴定至红紫色,不计毫升数。加入 15 mL 氟化钠饱和溶液(3.22),煮沸 2 min,补加 3 滴 PAN 乙醇溶液(3.25),用硫酸铜标准溶液(3.27)滴定至红紫色为终点(铝含量高时,终点为深蓝色)。

6 分析结果的计算:

按公式(3)计算铝的百分含量:

$$\text{Al}(\%) = T \cdot f(V_4 - V_5)/m \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: T ——EDTA 标准溶液对铝的滴定度, g/mL;

f ——硫酸铜标准溶液相当于 EDTA 标准溶液的换算因数;

V_4 ——试液中加入氟化钠后回滴时所消耗的硫酸铜标准溶液的体积, mL;

V_5 ——随同试样所做空白试验加入氟化钠后回滴时所消耗的硫酸铜标准溶液的体积, mL;

m ——试样量, g。

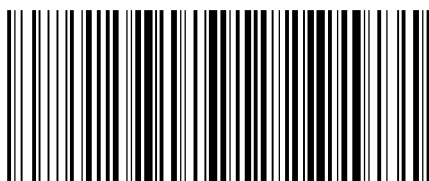
7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 允许差

%

铝含量	允许差
0.60~0.80	0.05
>0.80~1.20	0.06
>1.20~1.70	0.08
>1.70~2.50	0.10
>2.50~5.00	0.12



GB/T 4333. 5—1997

版权专有 不得翻印

*

书号:155066·1-14816

定价: 8.00 元

*

标 目 337—17