

中华人民共和国国家标准

硼铁化学分析方法
EDTA 容量法测定铝量UDC 669.15'781
:543.24
:546.621
GB 3653.4—88

Methods for chemical analysis of ferroboron

代替 GB 3653.4—83

The EDTA volumetric method for the
determination of aluminium content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了 EDTA 容量法测定铝量。

本标准适用于硼铁中铝量的测定。测定范围：1.00%~8.00%。

2 方法提要

试样用硝酸、氢氟酸溶解，滤出残渣后，滤液于 7 mol/L 盐酸介质中，用甲基异丁基酮将铁萃取除去。残渣用焦硫酸钠熔融，浸出后与主液合并，再用氢氧化钠将铝和锰及残铁等杂质分离，加过量的 EDTA，在 pH 5.5 的条件下，以 PAN 为指示剂，用硫酸铜标准溶液回滴过量的 EDTA 后，加入氟化钠释放与铝络合的 EDTA，再用硫酸铜标准溶液回滴，根据标准溶液消耗量，计算铝的百分含量。

3 试剂

- 3.1 焦硫酸钠。
- 3.2 氢氧化钠。
- 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(7 mol/L)。
- 3.7 盐酸(5+95)。
- 3.8 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。
- 3.9 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。
- 3.10 甲基异丁基酮。
- 3.11 过氧化氢(ρ 1.10 g/mL)。
- 3.12 氢氧化钠溶液(100 g/L)。
- 3.13 氢氧化钠溶液(5 g/L)。
- 3.14 酚酞指示剂：称取 0.5 g 酚酞溶解于 600 mL 乙醇中，加入 40 mL 水，混匀。
- 3.15 PAN[1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚]指示剂；PAN 乙醇饱和溶液(静置后倾取上部清液备用)。
- 3.16 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH 5.5)：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，加入 9 mL 冰乙酸(ρ 1.05 g/mL)，用水稀释至 1 000 mL，混匀。
- 3.17 铝标准溶液：称取 0.200 0 g 金属铝(99.98%)置于 250 mL 烧杯中，加入 5 mL 水，分次加入

中华人民共和国冶金工业部 1988-09-08 批准

1990-01-01 实施

GB 3653.4—88

15 mL 氢氧化钠(3.12),加热溶解后,用盐酸(3.5)中和并过量 10 mL,煮沸溶清后,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。

3.18 硫酸铜标准溶液(0.01 mol/L):

3.18.1 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,加入水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 1~2 滴硫酸($\rho 1.84 \text{ g/mL}$),以水稀释至刻度,混匀。

3.18.2 标定:移取 20.00 mL EDTA 标准溶液(3.19),置于 300 mL 锥形瓶中,加入 50 mL 水,2 滴酚酞指示剂(3.14),滴加氢氧化钠溶液(3.12)至红色,再用盐酸(3.5)中和至恰好无色,并过量 1~2 滴,加入 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(3.16),加热至沸,取下,趁热加入 8~10 滴 PAN 指示剂(3.15),用硫酸铜标准溶液(3.18)滴定至清亮的紫红色。

按式(1)计算硫酸铜标准溶液换算为 EDTA 标准溶液的体积比例系数:

$$k = \frac{V_1}{V_2} \dots\dots\dots (1)$$

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 ——滴定所消耗硫酸铜标准溶液的体积, mL。

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

3.19.1 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。

3.19.2 标定:移取 15.00 mL 铝标准溶液(3.17),置于 400 mL 锥形烧杯中,加入 80 mL 水、20.00 mL EDTA 标准溶液(3.19.1),加入 2 滴酚酞指示剂(3.14),用氢氧化钠溶液(3.12)中和至红色,再用盐酸(3.5)中和至恰好无色,并过量 1~2 滴,加入 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(3.16),煮沸 2~3 min,取下按分析步骤 5.3.6 进行。

标定的同时做试剂空白。

按式(2)计算 EDTA 标准溶液对铝的滴定度:

$$T = \frac{0.000 2 \times V}{k(V_3 - V_0)} \dots\dots\dots (2)$$

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 ——加氟化钠后回滴时所消耗硫酸铜标准溶液的体积, mL;

V_0 ——空白加氟化钠后回滴时所消耗硫酸铜标准溶液的体积, mL;

k ——硫酸铜标准溶液换算为 EDTA 标准溶液的体积比例系数。

3.20 氟化钠溶液(50 g/L)。

4 试样

试样应通过 0.088 mm 筛孔。

5 分析步骤

5.1 试样量

称取 0.100 0 g 试样(试样含铝量小于 1% 时,称取 0.200 0 g)。

5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试样置于铂皿中,加入2~3 mL水,滴加5 mL硝酸(3.3),待激烈反应停止后,加入2 mL氢氟酸(3.8)、5 mL高氯酸(3.9),加热溶解,并蒸至1~2 mL,冷却,加入10 mL盐酸(3.5),加热溶解盐类,取下趁热用定量滤纸过滤于250 mL烧杯中,残渣用热盐酸(3.7)洗涤5~6次,再用水洗2~3次。

5.3.2 将滤液加热蒸发至干,冷却,加入10 mL盐酸(3.6),溶解盐类,用盐酸(3.6)洗入125 mL梨形分液漏斗中,加入25 mL甲基异丁基酮(3.10),振荡2 min,静置分层后,将水相放入原烧杯中,再于分液漏斗中加入10 mL盐酸(3.6),振荡20 s,静置分层后,将水相仍放入原烧杯中,弃去有机相,于烧杯中加入3 mL硝酸(3.3)、5 mL高氯酸(3.9),加热蒸至糖浆状,冷却,加入10 mL盐酸(3.7)、5滴过氧化氢(3.11),加热溶解盐类,冷却(主液)。

5.3.3 将残渣连同滤纸置于30 mL铂坩锅中,炭化后,于600℃高温炉中灼烧20 min,取出冷却,加2 g焦硫酸钠(3.1),烘去水分后,于800~900℃熔融5 min,取出冷却,加入15 mL热水于铂坩锅中,加热浸出熔块,洗入原烧杯中与主液合并。

5.3.4 于试液中加入2 g氢氧化钠(3.2),待溶解后,加入3~5滴过氧化氢(3.11),煮沸2 min,取下;趁热用定量滤纸过滤于400 mL收口烧杯中,用热的氢氧化钠溶液(3.13)洗净烧杯,再将沉淀洗涤7~8次,弃去沉淀。

5.3.5 于滤液中,加入过量10~15 mL EDTA标准溶液(3.19)、2滴酚酞指示剂(3.14),用盐酸(3.5)中和至恰好无色,并过量1~2滴,加入15 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液(3.16),煮沸2~3 min,取下。

5.3.6 加入7~8滴PAN指示剂(3.15),趁热用硫酸铜标准溶液(3.18)滴定至清亮的紫色,加入15 mL氟化钠溶液(3.20),煮沸2~3 min,取下,补加3~4滴PAN指示剂(3.15),趁热用硫酸铜标准溶液(3.18)滴定至清亮的紫色为终点。

6 分析结果的计算

按式(3)计算铝的百分含量:

$$Al(\%) = \frac{T \cdot k(V_4 - V_5)}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中: T ——EDTA标准溶液对铝的滴定度, g/mL;

k ——硫酸铜标准溶液换算为EDTA标准溶液的体积比例系数;

V_4 ——试液加氟化钠后回滴时所消耗硫酸铜标准溶液的体积, mL;

V_5 ——随同试样的空白加氟化钠后回滴时所消耗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下表所列允许差。

GB 3653. 4—88

		%
铝 量	允 许 差	
1.00~2.00	0.10	
>2.00~4.00	0.15	
>4.00~8.00	0.20	

附加说明：

本标准由辽阳铁合金厂起草。

本标准主要起草人王谦、刘素兰。

本标准水平等级标记 GB 3653. 4—88 I