



中华人民共和国国家标准

GB/T 3653.4—2008
代替 GB/T 3653.4—1988

硼铁 铝含量的测定 EDTA 滴定法

Ferroboron—Determination of aluminium content—
EDTA titrimetric method

2008-05-13 发布

2008-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
硼 铁 铝 含 量 的 测 定
EDTA 滴 定 法

GB/T 3653.4—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字

2008年7月第一版 2008年7月第一次印刷

*

书号:155066·1-32265 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

前 言

本部分代替 GB/T 3653.4—1988《硼铁化学分析方法 EDTA 滴定法测定铝量》。

本部分与 GB/T 3653.4—1988 比较,主要不同如下:

——标准中增加了警告用语;

——增加了“规范性引用文件”和“试验报告”部分。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由冶金工业信息标准研究院归口。

本部分起草单位:中钢集团吉林铁合金股份有限公司。

本部分主要起草人:吴丽玉、孙岩、高玉敏、袁萍、袁冬雪。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 3653.4—1988。

硼铁 铝含量的测定

EDTA 滴定法

警告：使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本部分规定了 EDTA 滴定法测定硼铁中铝含量。

本部分适用于硼铁中铝含量的测定，测定范围(质量分数):1.00%~8.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

3 原理

试料用硝酸、氢氟酸溶解，滤出残渣后，滤液于盐酸介质中，用甲基异丁基酮将铁离子除去。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余铁等杂质分离，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 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。

4 试剂与材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

- 4.1 焦硫酸钠，固体。
- 4.2 氢氧化钠，固体。
- 4.3 硝酸， ρ 1.42 g/mL。
- 4.4 高氯酸， ρ 1.67 g/mL。
- 4.5 氢氟酸， ρ 1.15 g/mL。
- 4.6 盐酸， ρ 1.19 g/mL。
- 4.7 甲基异丁基酮。
- 4.8 过氧化氢， ρ 1.10 g/mL。
- 4.9 盐酸，1+1。
- 4.10 盐酸，7+5。
- 4.11 盐酸，5+95。
- 4.12 氟化钠溶液，50 g/L。
- 4.13 氢氧化钠溶液，100 g/L。
- 4.14 氢氧化钠溶液，5 g/L。
- 4.15 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。

4.16 铝标准溶液:称取 0.200 0 g 金属铝(不小于 99.98%)置于 250 mL 烧杯中,加入 5 mL 水,分次加入 15 mL 氢氧化钠(4.13),加热溶解后,用盐酸(4.9)中和并过量 10 mL,煮沸溶清后,取下冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.20 mg 铝。

4.17 硫酸铜标准滴定溶液,0.01 mol/L。

4.17.1 配制:称取 2.50 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$),置于 300 mL 烧杯中,加入适量水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 1 滴~2 滴硫酸($\rho 1.84 \text{ g/mL}$),以水稀释至刻度,混匀。

4.17.2 标定:移取 20.00 mL EDTA 标准溶液(4.18),置于 300 mL 锥形瓶中,加入 50 mL 水,2 滴酚酞指示剂(4.19),滴加氢氧化钠溶液(4.13)至红色,再用盐酸(4.9)中和至恰好无色、并过量 1 滴~2 滴,加入 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(4.15),加热至沸,取下,趁热加入 8 滴~10 滴 PAN 指示剂(4.20)用硫酸铜标准溶液(4.17.1)滴至清亮的紫红色。

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——硫酸铜标准滴定溶液换算为 EDTA 标准滴定溶液的体积比例系数;

V_1 ——移取 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定所消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

4.18 EDTA (二水合乙二胺四乙酸二钠)标准滴定溶液(0.01 mol/L):

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

4.18.2 标定:移取 15.00 mL 铝标准溶液(4.16),置于 400 mL 锥形瓶中,加入 80 mL 水、20.00 mL EDTA 标准滴定溶液(4.18),滴加 2 滴酚酞指示剂(4.19),用氢氧化钠溶液(4.13)中和至红色,再用盐酸(4.9)中和至恰好无色,并过量 1 滴~2 滴,加入 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(4.15),煮沸 2 min~3 min,取下按分析步骤(7.3.6)进行。

标定的同时做试剂空白。

按式(2)计算 EDTA 标准滴定溶液对铝的滴定度:

$$T = \frac{0.000 2 \times V_3}{K(V_4 - V_0)} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

T——EDTA 标准滴定溶液对铝的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);

0.000 2——铝标准溶液的浓度,单位为克每毫升(g/mL);

V_3 ——移取铝标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——加氟化钠后回滴时所消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白加氟化钠后回滴时所消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

K——硫酸铜标准滴定溶液换算为 EDTA 标准溶液的体积比例系数。

4.19 酚酞指示剂溶液,称取 0.5 g 酚酞溶解于 600 mL 乙醇中,加入 40 mL 水,混匀。

4.20 PAN[1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚]指示剂溶液,PAN 乙醇饱和溶液(静置后倾取上部清液备用)。

5 仪器

分析中使用通常的实验室仪器和设备。

6 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样,试料应通过 0.088 mm 筛孔。

7 分析步骤

7.1 试料量

称取 0.10 g 试料,精确至 0.000 1 g。

7.2 空白试验

随同试料进行空白试验。

7.3 测定

7.3.1 将试料(7.1)置于铂皿中,加入 2 mL~3 mL 水,滴加 5 mL 硝酸(4.3)待激烈反应停止后,加入 2 mL 氢氟酸(4.5)、5 mL 高氯酸(4.4),加热溶解,并蒸至 1 mL~2 mL,冷却,加入 10 mL 盐酸(4.9),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(4.11)洗涤 5 次~6 次,再用水洗 2 次~3 次。

7.3.2 将滤液加热蒸发至近干,取下冷却,加入 10 mL 盐酸(4.10),溶解盐类,用盐酸(4.10)洗入 125 mL 梨形分液漏斗中,加入 25 mL 甲基异丁基酮(4.7),振荡 2 min,静止分层后,将水相放入原烧杯中,再于分液漏斗中加入 10 mL 盐酸(4.10),振荡 20 s,静止分层后,将水相放入原烧杯中,弃去有机相。于烧杯中加入 3 mL 硝酸(4.3)、5 mL 高氯酸(4.4),加热蒸至糖浆状,冷却,加入 10 mL 盐酸(4.11)、5 滴过氧化氢(4.8),加热溶解盐类,冷却(做为主液)。

7.3.3 将残渣连同滤纸置于 30 mL 铂坩埚中,炭化后,于 600℃ 马弗炉中灼烧 20 min,取出冷却,加入 2 g 焦硫酸钠(4.1),烘去水分后,于 800℃~900℃ 熔融 5 min,取出冷却,加入 15 mL 热水于铂坩埚中,加热浸出熔块,洗入原烧杯中与主液合并。

7.3.4 于 7.3.3 试液中加入 2 g 氢氧化钠(4.2),待溶解后,加入 3 滴~5 滴过氧化氢(4.8),煮沸 2 min,取下;趁热用定量滤纸过滤于 500 mL 锥形瓶中,用热的氢氧化钠溶液(4.14)洗净烧杯,再将沉淀洗涤 7 次~8 次,弃去沉淀。

7.3.5 于滤液中,加入过量 10 mL~15 mL EDTA 标准滴定溶液(4.18)、2 滴酚酞指示剂(4.19),用盐酸(4.9)中和至恰好无色,并过量 1 滴~2 滴,加入 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(4.15),煮沸 2 min~3 min,取下。

7.3.6 加入 7 滴~8 滴 PAN 指示剂(4.20),趁热用硫酸铜标准滴定溶液(4.17)滴定至清亮的紫色,加入 15 mL 氟化钠溶液(4.12),煮沸 2 min~3 min,取下,补加 3 滴~5 滴 PAN 指示剂(4.20),趁热用硫酸铜标准滴定溶液(4.17)滴定至清亮的紫色为终点。

8 结果的计算

按式(3)计算铝的质量分数:

$$w(\text{Al})(\%) = \frac{T \cdot K(V_5 - V_6)}{m} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

T ——EDTA 标准滴定溶液对铝的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);

K ——硫酸铜标准滴定溶液换算为 EDTA 标准滴定溶液的体积比系数;

V_5 ——试液加氟化钠后回滴所消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_6 ——随同试料的空白试验加氟化钠后回滴时所消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料量,单位为克(g)。

9 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

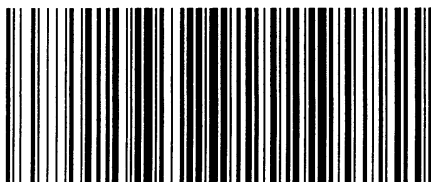
%

铝含量(质量分数)	允 许 差
1.00~2.00	0.10
>2.00~4.00	0.15
>4.00~8.00	0.20

10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 鉴别试料、实验室和分析日期等资料；
- b) 遵守本标准规定的程度；
- c) 分析结果及其表示；
- d) 测定中观察到的异常现象；
- e) 对分析结果可能有影响而本标准未包括的操作或者任选的操作。



GB/T 3653.4-2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-32265

定价: 10.00 元