

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 575.1—2007
代替 YS/T 575.1—2006

铝土矿石化学分析方法 第1部分：氧化铝含量的测定 EDTA滴定法

Methods for chemical analysis of bauxite
—Part 1:Determination of aluminium oxide content
—EDTA titrimetric method

2007-11-14发布

2008-05-01实施



国家发展和改革委员会 发布

YS/T 575.1—2007

前　　言

YS/T 575—2007《铝土矿石化学分析方法》是对YS/T 575—2006(原GB/T 3257—1999)的修订，共有24部分：

- 第1部分：氧化铝含量的测定 EDTA滴定法
- 第2部分：二氧化硅含量的测定 重量-钼蓝光度法
- 第3部分：二氧化硅含量的测定 钼蓝光度法
- 第4部分：三氧化二铁含量的测定 重铬酸钾滴定法
- 第5部分：三氧化二铁含量的测定 邻二氮杂菲光度法
- 第6部分：二氧化钛含量的测定 二安替吡啉甲烷光度法
- 第7部分：氧化钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第8部分：氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第9部分：氧化钾、氧化钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第10部分：氧化锰含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第11部分：三氧化二铬含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第12部分：五氧化二钒含量的测定 苯甲酰苯胺光度法
- 第13部分：锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第14部分：稀土氧化物总量的测定 三溴偶氮胂光度法
- 第15部分：三氧化二镓含量的测定 罗丹明B萃取光度法
- 第16部分：五氧化二磷含量的测定 钼蓝光度法
- 第17部分：硫含量的测定 燃烧-碘量法
- 第18部分：总碳含量的测定 燃烧-非水滴定法
- 第19部分：烧减量的测定 重量法
- 第20部分：预先干燥试样的制备
- 第21部分：有机碳含量的测定 滴定法
- 第22部分：分析样品中湿存水含量的测定 重量法
- 第23部分：化学成分含量的测定 X射线荧光光谱法
- 第24部分：碳和硫含量的测定 红外吸收法

本部分为第1部分。

本部分代替YS/T 575.1—2006(原GB/T 3257.1—1999)。

本部分是对YS/T 575.1—2006的修订，本部分与YS/T 575.1—2006相比，主要变化如下：

- 将原标准中的乙酸铅标准溶液改为锌标准溶液，将氟化钾溶液改为氟化钠；
- 删除“滴定度”的定义；
- 将试样的干燥温度统一为110℃±5℃；
- 增加了精密度。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由中国铝业股份有限公司郑州研究院负责起草。

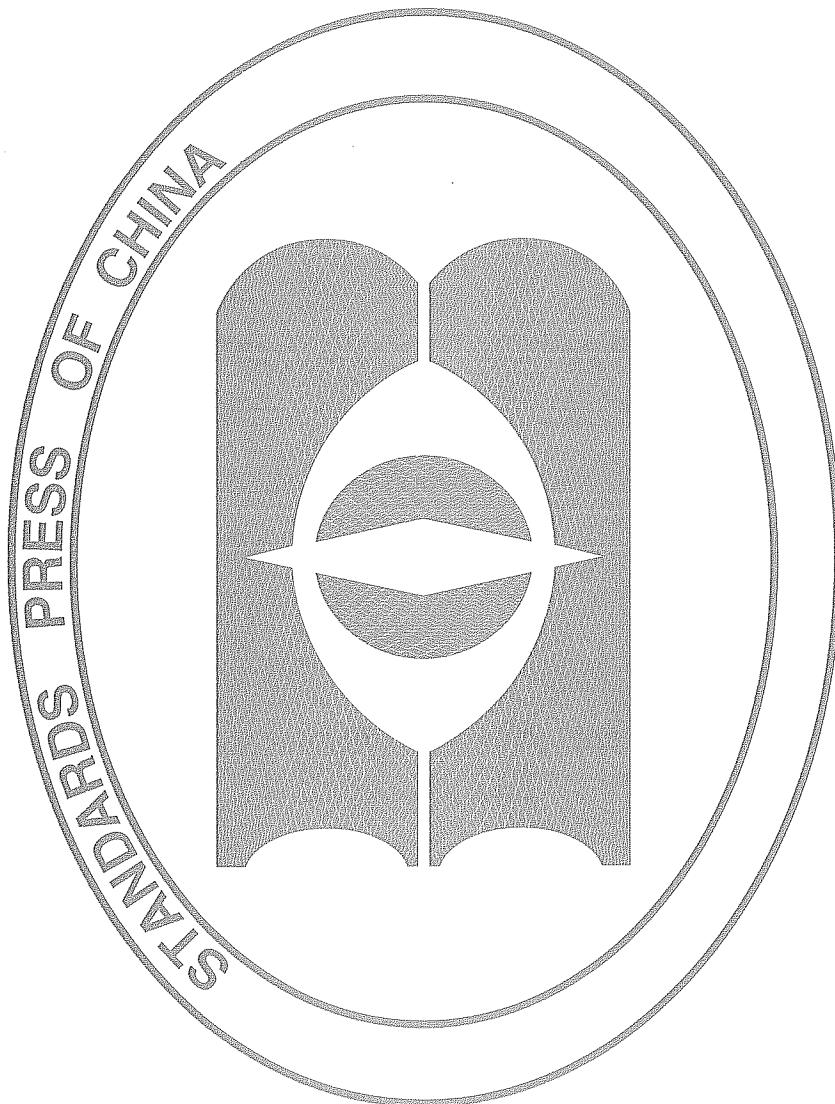
本部分由中国铝业股份有限公司山西分公司起草。

本部分主要起草人：黄安平、原效克、贺晓东、贺瑞红。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——YS/T 575.1—2006(原 GB/T 3257.1—1999)。



铝土矿石化学分析方法

第1部分：氧化铝含量的测定

EDTA滴定法

1 范围

本部分规定了铝土矿石中氧化铝含量的测定方法。

本部分适用于铝土矿石中氧化铝含量的测定, 测定范围: 40%~80%。

2 方法提要

试样经碳酸钠-硼酸或氢氧化钠熔融分解, 热水提取, 盐酸酸化, 用乳酸掩蔽钛或在 EDTA 存在下用氢氧化钠分离除去铁和钛等杂质元素。然后在弱酸性溶液中使铝与过量的 EDTA 络合, 以二甲酚橙为指示剂, 先用铅标准溶液滴定过量的 EDTA, 再用氟盐取代与铝络合的 EDTA, 最后用铅标准溶液滴定取代出的 EDTA。

3 试剂

3.1 无水碳酸钠。

3.2 硼酸。

3.3 氢氧化钠。

3.4 氟化钠。

3.5 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。

3.6 盐酸(1+1)。

3.7 盐酸(2+98)。

3.8 氢氧化钠溶液(400 g/L)。

3.9 氢氧化钠(100 g/L)。

3.10 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液(0.08 mol/L)。

3.11 乳酸(1+4)。

3.12 氨水(1+1)。

3.13 盐酸(1+3)。

3.14 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH 6): 将 260 g 乙酸钠($\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)溶于 500 mL 水中, 加 10 mL 冰乙酸, 加水稀释至 1 L。

3.15 酚酞指示剂溶液(1 g/L)。

3.16 溴甲酚绿指示剂溶液(1 g/L): 将 0.10 g 溴甲酚绿溶于 100 mL 水中, 滴加氢氧化钠溶液(3.8)至溶液呈蓝色。

3.17 二甲酚橙指示剂溶液(5 g/L): 将 0.5 g 二甲酚橙溶于 20 mL 水中, 加 80 mL 乙醇, 混匀。

3.18 铝标准溶液

3.18.1 将金属铝屑(99.99%)置于 100 mL 烧杯中, 加 25 mL 水和 25 mL 盐酸(3.6)加热煮沸 5 min~10 min 取下, 倾去溶液后用水充分洗净, 再用无水乙醇洗 3 次, 置于垫有滤纸的表皿上放入 110°C ± 5°C 的烘箱中烘干 5 min。取出, 置于干燥器中冷却。

3.18.2 称取 0.158 8 g 预先处理过的铝屑(3.18.1)于盛有 10 mL 氢氧化钠溶液(3.8)的塑料杯中, 盖

上表面皿,待全部溶解后,倒入预先盛 30 mL 盐酸(3.6)的烧杯中,用热水洗净塑料杯,洗涤液并入烧杯中,冷却至室温。将溶液移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液每毫升含 0.000 6 g 氧化铝。

3.19 锌标准溶液(0.020 0 mol/L)

称取 1.307 6 g 高纯锌于 300 mL 烧杯中,加水 50 mL,盖上表面皿,沿杯壁加入 15 mL 硝酸(1+1),微热熔解完全,并蒸发至 10 mL~15 mL,冷却至室温,用水洗表面皿及杯壁,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

4 试样

将试样用研钵研磨通过 74 μm 筛,将研好的试样置于 110°C \pm 5°C 下烘干燥 2 h,置于干燥器中,冷却至室温备用。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 0.25 g 试样(4),精确至 0.000 1 g。

5.2 测定次数

对同一试样应独立地进行两次测定,取其平均值。

5.3 测定

5.3.1 试料分解用下述任一方法

5.3.1.1 将试料(5.1)放入 30 mL 铂坩埚中,加 1.7 g 无水碳酸钠(3.1),加 0.8 g 硼酸(3.2),用铂丝搅匀,盖上坩埚盖,置于 100°C 高温炉中,升温至 1 000°C 熔融 20 min,取出稍冷。向坩埚中加入沸水,加热至近沸使溶块全部溶解,将溶液移入 250 mL 烧杯中,坩埚用热水冲洗二次后,再用 3 mL 盐酸(3.7)和热水充分洗净。洗涤液并入烧杯中,向烧杯中加 20 mL 盐酸(3.5),盖上表面皿,置冷水槽中冷却至室温。将溶液移入 250 mL 容量瓶中,用水洗净烧杯,洗液并入容量瓶中,用水稀释至刻度摇匀。

5.3.1.2 将试料(5.1)放入 30 mL 银坩埚中,加 3 g 氢氧化钠(3.3)。置于 750°C \pm 10°C 的马弗炉中,熔融 20 min。取出,旋转坩埚,使熔融物均匀附着在坩埚内壁,冷却。把坩埚放入玻璃漏斗(ϕ 70 mm)中,用热水将试料移入已加有 40 mL 盐酸(3.6)的 250 mL 容量瓶中,用热水洗净坩埚,加 5 mL 盐酸(3.6)洗净坩埚,用热水再次洗涤坩埚及漏斗,摇匀溶液使熔块全部溶解。冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.2 掩蔽或分离

5.3.2.1 乳酸掩蔽法。分取 20.00 mL(5.3.1.1)或(5.3.1.2)溶液于 500 mL 锥形瓶中,加 2 mL 乳酸溶液(3.10),摇匀,加 6 mL EDTA 溶液(3.9),摇匀,加 1 滴二甲酚橙指示剂溶液(3.17),用氨水溶液(3.12)中和至溶液呈紫红色,立即用盐酸溶液(3.13)调至黄色,加水稀释至 150 mL 左右。

5.3.2.2 EDTA-氢氧化钠法。分取 50.00 mL(5.3.1.1)或(5.3.1.2)溶液于 250 mL 容量瓶中,加 12 mL EDTA 溶液(3.8)和 1 滴酚酞指示剂溶液(3.15),滴加氢氧化钠溶液(3.9)至出现红色,再过量 35 mL。加水稀释至 120 mL 左右,将容量瓶置于沸水浴上加热 5 min,取下,冷却至室温,用水稀释至刻度,摇匀。用中速滤纸干过滤,分取 100.00 mL 溶液于 500 mL 锥形瓶中,加 2 滴溴甲酚绿指示剂溶液(3.16),先用盐酸(3.6)调至溶液变黄,再用氢氧化钠溶液(3.9)中和至刚出现蓝色。

注:本法适用于五氧化二钒含量小于 0.06% 的试样。

5.3.3 滴定

向 5.3.2.1 或 5.3.2.2 分离后的溶液中加 20 mL 乙酸-乙酸钠缓冲液(3.14),加热煮沸 2 min~3 min,取下,流水冷却至室温,补加 2 滴二甲酚橙指示剂溶液(3.17),用锌标准溶液(3.19)滴定至溶液呈玫瑰红(不记读数)。加 1 g~2 g 氟化钠(3.4)。摇匀,加热煮沸 3 min,取下,冷却至室温,补加 1 滴

YS/T 575.1—2007

二甲酚橙指示剂溶液(3.17),用锌标准溶液(3.19)滴定到玫瑰红,记录消耗的体积(两次终点颜色应一致)。

6 分析结果的表述

按公式计算氧化铝的质量分数(%):

$$w(\text{Al}_2\text{O}_3) = \frac{c \cdot V \times 0.050\ 98}{m} \times 100$$

式中:

c ——锌标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——消耗锌标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——分取溶液相当的试料的质量,单位为克(g);

0.050 98——氧化铝的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol)。

7 精密度

7.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过5%。重复性限(r)按以下数据采用线性内插法求得:

氧化铝的质量分数/%:	56.5	63.1	79.4
重复性限 r /%:	0.46	0.53	0.57

7.2 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表1所列允许差。

表 1

氧化铝的质量分数/%	允许差/%
40.00~60.00	0.60
>60.00~80.00	0.70

8 质量保证与控制

分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

中华人民共和国有色金属
行业标准
铝土矿石化学分析方法
第1部分：氧化铝含量的测定
EDTA滴定法
YS/T 575.1—2007

*
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

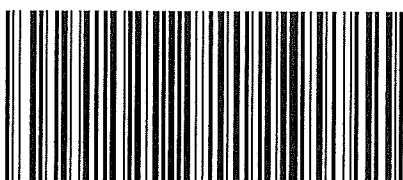
*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字
2008年3月第一版 2008年3月第一次印刷

*
书号：155066·2-18561 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



YS/T 575.1-2007