

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

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 $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$;
- 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。

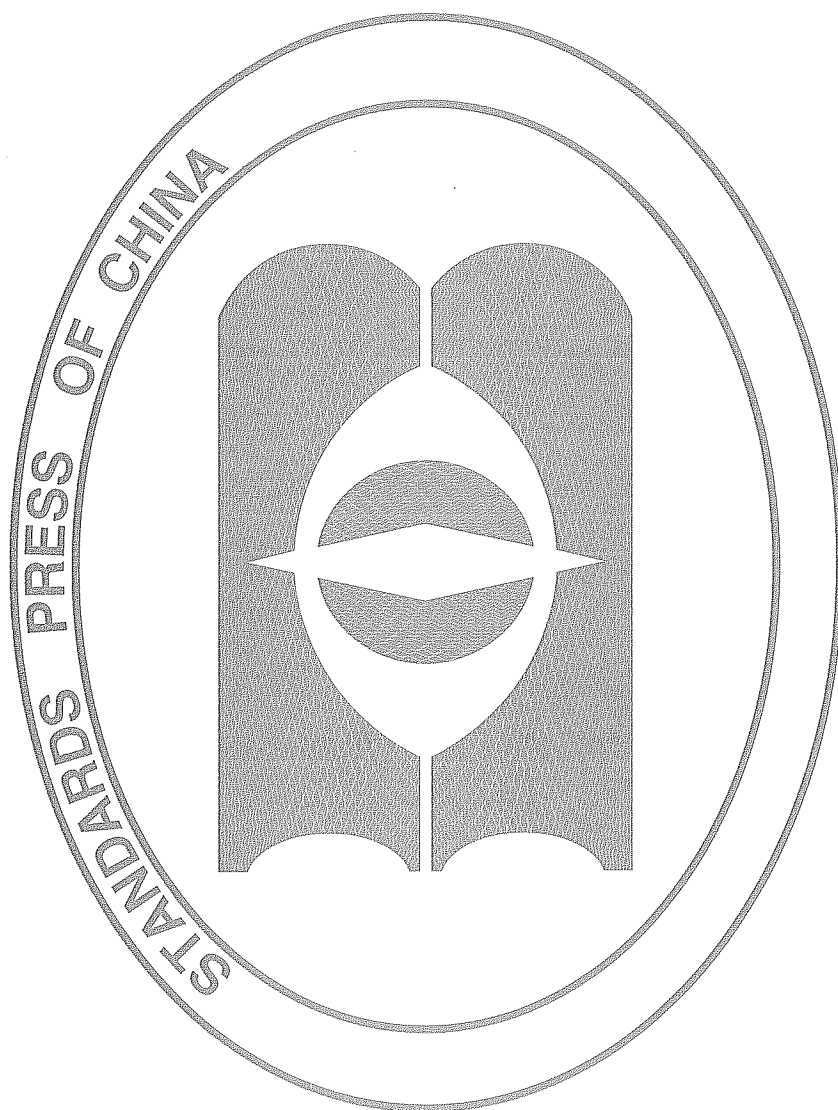
本部分由中国铝业股份有限公司山西分公司起草。

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(ρ 1.19 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 $110^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 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℃ \pm 5℃下烘干 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℃高温炉中,升温至 1 000℃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℃ \pm 10℃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 分离后的溶液中加入 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

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(%):

$$w(Al_2O_3)=\frac{c \cdot V \times 0.050\ 98}{m} \times 100$$

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 <i>r</i> /%:	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