

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 514.5—2009
代替 YS/T 514.8—2006

高钛渣、金红石化学分析方法 第 5 部分：氧化铝量的测定 EDTA 滴定法

Methods for chemical analysis of high titanium slag and rutile—
Part 5: Determination of aluminium oxide content—
EDTA titration

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T 514《高钛渣、金红石化学分析方法》分为 10 个部分：

- 第 1 部分：二氧化钛量的测定 硫酸铁铵滴定法；
- 第 2 部分：全铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 3 部分：硫量的测定 高频红外吸收法；
- 第 4 部分：二氧化硅量的测定 称量法、钼蓝分光光度法；
- 第 5 部分：氧化铝量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 6 部分：一氧化锰量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：氧化钙、氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 9 部分：氧化钙、氧化镁、一氧化锰、磷、三氧化二铬和五氧化二钒量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 10 部分：碳量的测定 高频红外吸收法。

本部分为 YS/T 514 的第 5 部分。

本部分代替 YS/T 514.8—2006《高钛渣、金红石化学分析方法 EDTA 容量法测定氧化铝量》。

本部分与 YS/T 514.8—2006 相比，主要变化如下：

- 将溶解样品部分中使用的银坩埚改为镍坩埚，将氢氧化钠熔融试料改为氢氧化钠-过氧化钠熔融试料；
- 将熔融时间由 10 min~15 min 改为 8 min~10 min；
- 将 0.400 0 g 称样量定容于 200 mL 改为 0.200 0 g 称样量定容于 100 mL；
- 增加了重复性限试验以及增加了质量保证与控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：遵义钛业股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位：金川集团有限公司、抚顺钛业有限公司。

本部分主要起草人：张瑾洁、余家华、马克安、喻生洁、庄军、马玉萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 4102.8—1983；
- YS/T 514.8—2006。

高钛渣、金红石化学分析方法

第5部分：氧化铝量的测定

EDTA 滴定法

1 范围

YS/T 514 的本部分规定了高钛渣、金红石中氧化铝量的测定。

本部分适用于高钛渣、金红石中氧化铝量的测定，测定范围 0.50%~5.00%。

2 方法提要

试料以氢氧化钠熔融，稀盐酸浸取。六次甲基四胺沉淀铝、钛和铁，并分离除去镁、钙和锰等元素。将沉淀低温灰化，再以氢氧化钠熔融，热水浸取。分离除去钛等元素。移取部分试液，在弱酸性溶液中，加入过量 EDTA 络合铝。于 pH6.0 左右，以二甲酚橙为指示剂，用锌标准溶液滴定过量的 EDTA。然后用氟化钠取代络合物中的 EDTA，再用锌标准溶液滴定，从而求得氧化铝量。

锡量小于 0.2 mg，铬量小于 1 mg，钒量小于 0.05 mg 不影响测定。钒量大于 0.05 mg 时，用硫酸亚铁铵消除干扰。

3 试剂

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去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 氢氧化钠(优级纯)。
- 3.2 过氧化钠。
- 3.3 乙醇。
- 3.4 氨水(ρ 约 0.90 g/mL)。
- 3.5 氨水(1+1)。
- 3.6 盐酸(1+1)。
- 3.7 六次甲基四胺溶液(250 g/L)。
- 3.8 氯化铵洗涤液(20 g/L):每 100 mL 洗涤液中加入 1~2 滴氨水(3.5)。
- 3.9 硫酸亚铁铵溶液(1 g/L)。用时现配。
- 3.10 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液(0.02 mol/L):称取 3.72 g 乙二胺四乙酸二钠($\text{Na}_2\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{O}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)，溶于 1 000 mL 水中，混匀。
- 3.11 甲基橙溶液(1 g/L)。
- 3.12 二甲酚橙溶液(2 g/L):贮存于棕色瓶中，一周内有效。
- 3.13 氟化钠溶液(40 g/L)。
- 3.14 乙酸-乙酸铵缓冲溶液(pH6.0±0.2):称取 300 g 乙酸铵溶于 500 mL 水中，过滤，加入 12.3 mL 冰乙酸，用水稀释至 1 000 mL，混匀。(用酸度计校正)。
- 3.15 锌标准滴定溶液(0.010 00 mol/L):称取 1.627 6 g 氧化锌(光谱纯)，置于 300 mL 烧杯中，以水润湿，加入 20 mL 盐酸(3.6)，缓慢加热溶解，并蒸发至体积约为 3 mL~5 mL，移入 2 000 mL 容量瓶中，加入(2~3)滴甲基橙溶液(3.11)，缓慢滴加氨水(3.5)至溶液呈黄色，再滴加盐酸(3.6)至溶液呈红色并过量(5~6)滴，用水稀释至刻度，混匀。