

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 509.4—2008
代替 YS/T 509.4—2006

锂辉石、锂云母精矿化学分析方法 三氧化二铝量的测定 EDTA 络合滴定法

Methods for chemical analysis of spodumene and lepidolite concentrates—
Determination of aluminum oxide content—
EDTA compleximetric method

2008-03-12 发布

2008-09-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 509《锂辉石、锂云母精矿化学分析方法》共有 11 个部分：

- 第 1 部分：氧化锂、氧化钠和氧化钾量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：氧化铷和氧化铯量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：二氧化硅量的测定 重量-钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：三氧化二铝量的测定 EDTA 络合滴定法；
- 第 5 部分：三氧化二铁量的测定 EDTA 络合滴定法、邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 6 部分：五氧化二磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 7 部分：氧化铍量的测定 铬天青 S-CTMAB 分光光度法；
- 第 8 部分：氧化钙、氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 10 部分：一氧化锰量的测定 过硫酸盐氧化分光光度法；
- 第 11 部分：烧失量的测定 重量法。

本部分为第 4 部分。

本部分代替 YS/T 509.4—2006《锂辉石、锂云母精矿化学分析方法 EDTA 络合滴定法测定三氧化二铝量》(原 GB/T 3885.4—1983)。

本部分与 YS/T 509.4—2006 相比主要有如下变动：

- 将铅标准溶液、三氧化二铝的滴定度(T)改为物质的量浓度；
- 对文本格式进行了重新编辑；
- 补充了质量保证和控制条款,增加了重复性条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由新疆锂盐厂负责起草。

本部分由宜春钽铌矿参加起草。

本部分主要起草人：吕明辉、孙涛、夏淑芬、吴国才。

本部分主要验证人：江小鹏、关玉珍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3885.4—1983、YS/T 509.4—2006。

锂辉石、锂云母精矿化学分析方法

三氧化二铝量的测定

EDTA 络合滴定法

1 范围

本部分规定了锂辉石、锂云母精矿中三氧化二铝含量的测定方法。

本部分适用于锂辉石、锂云母精矿中三氧化二铝含量的测定。测定范围:10.00%~30.00%。

2 方法提要

试料用氢氧化钾熔融,用水浸出,移取部分溶液,加入过量 EDTA,在 pH5~pH6 煮沸络合铝,过量的 EDTA 以二甲酚橙为指示剂,用铅标准溶液回滴,加入氟化物,用铅标准溶液滴定被释放出的 EDTA,由消耗的铅标准溶液体积计算三氧化二铝量。

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与其纯度相当的水。

3.1 氢氧化钾。

3.2 氟化铵。

3.3 无水乙醇。

3.4 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.5 氢氧化铵(1+1)。

3.6 氢氧化铵(1+19)。

3.7 缓冲溶液(pH5.5):将 120.5 g 无水乙酸钠溶于水中,加入 10 mL 冰乙酸,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.8 二水合乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液(0.01 mol/L):称取 7.45 g EDTA,置于 500 mL 烧杯中,用热水溶解,冷至室温,移入 2 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.9 三氧化二铝标准溶液:称取 0.264 7 g 金属铝(99.99%),置于 400 mL 烧杯中,加入 100 mL 水和 2 g 氢氧化钠,盖上表皿,低温加热至完全溶解,以盐酸(1+1)缓慢中和到沉淀全部溶解并过量 20 mL,冷至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 0.5 mg 三氧化二铝。

3.10 铅标准溶液(0.01 mol/L):称取 7.587 0 g 乙酸铅[Pb(CH₃COO)₂·3H₂O]置于 500 mL 烧杯中,用水溶解,加入 2 mL 冰乙酸,移入 2 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.10.1 标定:移取三份 25.00 mL 三氧化二铝标准溶液(3.9),分别置于 300 mL 锥形瓶中,加入 25 mL 水,40 mL EDTA 溶液(3.8),加热溶液至 50℃~60℃,加入 2 滴溴酚蓝溶液(3.11),以氢氧化铵(3.6)调至溶液呈蓝色,再过量 2 滴,加热溶液至微沸并保持 3 min,冷至室温。加入 20 mL 缓冲液(3.7),加入 6 滴二甲酚橙乙醇溶液(3.12),用铅标准溶液(3.10)滴定至溶液由黄色变成稳定的红紫色。加入 1 g 氟化铵(3.2),煮沸 3 min~4 min,冷至室温,加 2 滴二甲酚橙乙醇溶液(3.12)和 20 mL 缓冲溶液(3.7),用铅标准溶液(3.10)滴定至稳定的红紫色为终点。平行标定铅标准溶液(3.10)体积的极差不应超过 0.05 mL,取其平均值。随同标定做空白试验。

3.10.2 铅标准溶液(3.10)的实际浓度按式(1)计算:

$$c = \frac{m}{(V_1 - V_0) \times 0.050 98} \dots\dots\dots(1)$$