

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 273.4—2006
代替 YS/T 273.4—1994

冰晶石化学分析方法 和物理性能测定方法 第 4 部分:EDTA 容量法测定铝含量

Chemical analysis methods and physical properties of cryolite—
Part 4: Determination of aluminium by the EDTA volumetric method

2006-05-25 发布

2006-12-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 273《冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法》共分为 13 部分：

- 第 1 部分：重量法测定湿存水含量；
- 第 2 部分：灼烧减量的测定；
- 第 3 部分：蒸馏-硝酸钍容量法测定氟含量；
- 第 4 部分：EDTA 容量法测定铝含量；
- 第 5 部分：火焰原子吸收光谱法测定钠含量；
- 第 6 部分：钼蓝分光光度法测定二氧化硅含量；
- 第 7 部分：邻二氮杂菲分光光度法测定三氧化二铁含量；
- 第 8 部分：硫酸钡重量法测定硫酸根含量；
- 第 9 部分：钼蓝分光光度法测定五氧化二磷含量；
- 第 10 部分：重量法测定游离氧化铝含量；
- 第 11 部分：X 射线荧光光谱分析法测定硫含量；
- 第 12 部分：火焰原子吸收光谱法测定氧化钙含量；
- 第 13 部分：试样的制备和贮存。

本部分为第 4 部分。

本部分是对 YS/T 273.4—1994 的修订，除进行编辑整理外，增加精密度和质量保证与控制两章，其他内容基本没有变化。

本部分代替 YS/T 273.4—1994。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由抚顺铝厂、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由多氟多化工股份有限公司起草。

本部分主要起草人：薛旭金、施秀华、侯利红、郭贤慧。

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 273.4—1994。

冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法

第4部分:EDTA容量法测定铝含量

1 范围

本部分规定了冰晶石中铝含量的测定方法。

本部分适用于冰晶石中铝含量的测定。测定范围:11.0%~20.0%。

2 方法提要

试料用酸性硫酸钾或焦硫酸钾熔融至赶尽氟,用水浸出熔融物并用盐酸溶解熔块。用氢氧化氨中和,在加热情况下,于pH 5.5~pH 6.0使铝与EDTA形成铝盐络合物,用二甲酚橙指示剂,以锌标准溶液滴定过量的EDTA,从而计算铝的含量。

3 试剂

3.1 酸性硫酸钾。

3.2 焦硫酸钾。

3.3 盐酸(1+1)。

3.4 氢氧化铵溶液(1+1)。

3.5 刚果红试纸。

3.6 二甲酚橙溶液(1 g/L)。

3.7 缓冲溶液(pH 5.5~pH 6.0):称取100 g 结晶乙酸钠,溶解于水中,加入13 mL 乙酸(6 mol/L),用水稀释至500 mL,混匀。

3.8 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液(0.05 mol/L)

3.8.1 配制

称取18.61 g EDTA,溶于水中,稀释至1 L,混匀。

3.8.2 标定

称取20 mL EDTA 溶液(3.8)于400 mL 锥形杯中,加20 mL 缓冲溶液(3.7)用水稀释至100 mL,加3~4滴二甲酚橙溶液(3.6),用硝酸锌标准溶液(3.9)滴定至指示剂由黄变到浅红色。

3.9 硝酸锌标准溶液(0.05 mol/L):称取3.269 0 g 纯锌粒($Zn > 99.9\%$),在加热情况下溶解在200 mL水及15 mL 浓硝酸($\rho 1.40 \text{ g/mL}$)中,缓慢蒸发至10 mL~20 mL,取下,冷却后用水稀释至1 L。

4 设备

4.1 铂坩埚。

4.2 高温炉:能控制温度在 $725^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$ 。

5 试样

试样应符合YS/T 273.13中3.3的要求。

6 分析步骤

6.1 试料

称取0.15 g 干燥试样(5),精确至0.000 1 g。