

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 807.5—2012

铝中间合金化学分析方法 第 5 部分：锆含量的测定 EDTA 滴定法

Chemical analysis methods of aluminum hardeners—
Part 5: Determination of zirconium content—
EDTA titrimetric method

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国有色金属
行业标准
铝中间合金化学分析方法
第5部分:锆含量的测定
EDTA 滴定法
YS/T 807.5—2012

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址:www.gb168.cn

服务热线:010-68522006

2013年2月第一版

*

书号:155066·2-24460

版权专有 侵权必究

前 言

YS/T 807—2012《铝中间合金化学分析方法》分为 14 个部分：

- 第 1 部分：铁含量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 2 部分：锰含量的测定 高碘酸钾分光光度法；
- 第 3 部分：镍含量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 4 部分：铬含量的测定 过硫酸铵氧化-硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 5 部分：铅含量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 6 部分：硼含量的测定 离子选择电极法；
- 第 7 部分：铍含量的测定 依莱铬氰兰 R 分光光度法；
- 第 8 部分：铈含量的测定 碘化钾分光光度法；
- 第 9 部分：铋含量的测定 碘化钾分光光度法；
- 第 10 部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：铜含量的测定 硫代硫酸钠滴定法；
- 第 13 部分：钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 14 部分：铟含量的测定 EDTA 滴定法。

本部分为 YS/T 807 的第 5 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：中国铝业股份有限公司郑州研究院、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：广州有色金属研究院、东北轻合金有限责任公司。

本部分主要起草人：张永进、戴凤英、黄葡英、周兵、张洁、董晓林、石磊、张元克。

铝中间合金化学分析方法

第 5 部分: 锆含量的测定

EDTA 滴定法

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

YS/T 807 的本部分规定了铝中间合金中锆含量的测定方法。

本部分适用于铝中间合金中锆含量的测定。测定范围:2.5%~18.0%。

2 方法提要

试料用盐酸和过氧化氢溶解,在强酸介质中,锆与 EDTA 作用生成稳定的络合物,反应定量进行。用甲基百里酚蓝作指示剂,在 0.8 mol/L~1.5 mol/L 盐酸介质中煮沸并趁热进行滴定。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用优级纯试剂和亚沸水或不含钾的蒸馏水。

3.1 过氧化氢($\rho=1.10$ g/mL)。

3.2 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

3.3 盐酸(1+1)。

3.4 氯化亚锡溶液(100 g/L):称取 5 g 氯化亚锡于 250 mL 烧杯中,加入 15 mL 盐酸(3.2),微热溶解,冷却,用水稀释至 50 mL,现用现配。

3.5 甲基百里酚蓝指示剂:1 g 甲基百里酚蓝指示剂与 100 g 氯化钠混匀,并研磨成粉末,贮于棕色磨口瓶中。

3.6 苦杏仁酸溶液(150 g/L),过滤后使用。

3.7 苦杏仁酸洗涤液:1 000 mL 水溶液中含有 20 mL 盐酸(3.2)及 50 g 苦杏仁酸。过滤后使用。

3.8 锆标准溶液(2 mg/mL)。

3.8.1 配制:称取 3.53 g 氧氯化锆($ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$)置于 400 mL 烧杯中,加入 100 mL 水及 50 mL 盐酸(3.3)溶解,移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 锆。

3.8.2 标定:移取 25.00 mL 锆标准溶液(3.8.1)于 300 mL 烧杯中,加入 30 mL 盐酸(3.2),加热至近沸,加入 50 mL 苦杏仁酸溶液(3.6),充分搅拌,置于 80 °C 的恒温水浴锅中,保温 30 min,取出冷却。用中速滤纸过滤,用苦杏仁酸洗涤液(3.7)洗净烧杯,将沉淀全部转移到滤纸上,用苦杏仁酸洗涤液(3.7)洗涤沉淀 6~8 次,将滤纸及沉淀置于已恒重的铂坩埚中,烘干,灰化,再放入 1 000 °C 高温炉中灼烧 2 h~3 h,取出,放入干燥器中冷却 30 min 后称量。

3.8.3 计算:按式(1)计算锆标准溶液的质量浓度:

$$\rho_0 = \frac{m_0 \times 0.7403}{V_0} \dots\dots\dots (1)$$