

中华人民共和国国家标准

GB/T 5195.13—2017

萤石 铝含量的测定 EDTA 滴定法

Fluorspar—Determination of aluminium content—EDTA titration method

2017-09-07 发布 2018-06-01 实施

前 言

GB/T 5195 分为 16 个部分:

- ——第1部分:萤石 氟化钙含量的测定 EDTA滴定法和蒸馏-电位滴定法;
- ——第 2 部分:萤石 碳酸盐含量的测定;
- ——第3部分:萤石 105℃质损量的测定 重量法;
- ——第 4 部分: 萤石 硫化物含量的测定 碘量法;
- ---第5部分:萤石 总硫含量的测定 管式炉燃烧-碘酸钾滴定法;
- ——第6部分:萤石 磷含量的测定 分光光度法;
- ——第7部分:萤石 锌含量的测定 原子吸收光谱法;
- ——第8部分:萤石 二氧化硅含量的测定;
- ——第9部分:萤石 灼烧减量的测定 重量法;
- ——第 10 部分: 萤石 铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法;
- ——第11部分:萤石 锰含量的测定 高碘酸盐分光光度法;
- ——第 12 部分: 萤石 砷含量的测定 原子荧光光谱法;
- ——第 13 部分: 萤石 铝含量的测定 EDTA 滴定法;
- ——第 14 部分: 萤石 镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- ——第 15 部分: 萤石 钙、铝、硅、磷、硫、钾、铁、钡、铅含量的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法;
- ——第 16 部分: 萤石 硅、铝、铁、钾、镁和钛含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 5195 的第 13 部分。

本部分按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国钢标准化技术委员会(SAC/TC 183)归口。

本部分起草单位:中华人民共和国宁波出入境检验检疫局、中国检验认证集团宁波有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人:郑琳、谢健梅、蔡曹盛、林力、翁东海、王谦、刘在美、崔淑雅、曹国洲、卢春生。

萤石 铝含量的测定 EDTA 滴定法

警告——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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

GB/T 5195 的本部分规定了用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)滴定法测定铝含量的方法。本部分适用于萤石中铝含量的测定。测定范围(质量分数):0.20%~3.00%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 14506.8 硅酸盐岩石化学分析方法 第8部分:二氧化钛量测定
- GB/T 22564 萤石 取样和制样

3 原理

试料经氢氟酸-硫酸-高氯酸分解,蒸干后用焦硫酸钾熔融。盐酸提取制成盐酸溶液,加入过量的 EDTA 与铁、铝、钛等离子配位,调节 pH 为 4.5 左右,以亚硝基 R 盐为指示剂,硫酸铜标准溶液滴定过量的 EDTA,加入氟化钾取代与铝、钛配位的 EDTA,用硫酸铜标准溶液滴定,测得铝、钛合量,减去钛量,即为铝的含量。

4 试剂和材料

除另有说明外,在分析过程中仅使用确认为分析纯的试剂,所用水应满足 GB/T 6682 中二级水的要求。

- 4.1 氢氟酸, $\rho = 1.19 \text{ g/mL}$ 。
- 4.2 高氯酸, $\rho = 1.69 \text{ g/mL}$ 。
- 4.3 冰乙酸, $\rho = 1.05 \text{ g/mL}$ 。
- 4.4 焦硫酸钾。
- 4.5 硫酸溶液,1+1。
- 4.6 氨水溶液,1+1。
- 4.7 盐酸溶液,1+9。
- 4.8 氟化钾溶液,100 g/L。 称取 20 g 氟化钾,溶于 200 mL 水中。
- 4.9 乙酸-乙酸铵缓冲溶液,pH=4.5。

称取 71 g 乙酸铵溶解于 500 mL 水中,加入 58.5 mL 冰乙酸(4.3),用水稀释至 1 000 mL,摇匀。