

DB51

四川省地方标准

DB51/T 2040—2015

钒铝合金 铝含量的测定 钡盐-强碱分离-EDTA 返滴定法

2015-09-25 发布

2016-01-01 实施

四川省质量技术监督局 发布

目 次

目次	I
前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 原理	1
4 试剂和材料	1
5 试样	3
6 分析步骤	3
7 分析结果及其表示	4
8 允许差	4

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由四川省经济和信息化委员会提出并归口。

本标准由四川省质量技术监督局批准。

本标准起草单位：国家钒钛制品质量监督检验中心、攀钢集团有限公司。

本标准主要起草人：杨新能、杨平、冯宗平、周开著、成勇、但娟、郑小敏、张永刚、彭慧仙、周礼仙、郭锦辉。

钒铝合金 铝含量的测定

钡盐-强碱分离-EDTA返滴定法

1 范围

本标准规定了钡盐—强碱分离—EDTA 返滴定法测定铝的含量。

本标准适用于钒铝合金中铝含量的测定，测定范围（质量分数）： $\geq 10.00\%$ 。

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 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

YS/T 579 钒铝中间合金

3 原理

试料用盐酸和硝酸分解完全后，用氯化钡和氢氧化钠沉淀分离钒等干扰元素，在一定酸度下，加入过量的 EDTA，在 Cu-EDTA 存在下，以 PAN 为指示剂，用硫酸铜标准滴定溶液滴定过量的 EDTA，根据标准滴定溶液的消耗量，计算铝的含量。

4 试剂和材料

分析中除另有说明外，仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级以上水或纯度相当的水。

4.1 硝酸， $\rho 1.42 \text{ g/mL}$ 。

4.2 盐酸， $\rho 1.19 \text{ g/mL}$ 。

4.3 盐酸，1+1。

4.4 盐酸，1+50。

4.5 硝酸，1+1。

4.6 氯化钡，250 g/L。

4.7 氢氧化钠溶液，500 g/L，贮于塑料瓶中。

4.8 甲基橙，1 g/L。

4.9 PAN 指示剂，2 g/L。

称取0.2 g[1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚]指示剂，溶于100 mL乙醇中。

4.10 乙酸-乙酸钠缓冲溶液， $\text{pH } 3.0 \pm 0.2$ 。

称取12 g无水乙酸钠于500 mL烧杯中，加水溶解后，加入280.0 mL冰乙酸（ $\rho 1.05 \text{ g/mL}$ ），移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.11 铝标准溶液, 1 mg/mL。

称取1.000 g金属铝(纯度不小于99.99%)置于300mL锥形瓶中, 加入150 mL盐酸(4.3), 低温加热溶解后, 取下, 冷却至室温, 移入1000 mL容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。

4.12 硫酸铜标准滴定溶液, 0.01 mol/L。

4.12.1 配制

称取2.50 g硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)置于300 mL烧杯中, 加水溶解后, 移入1 000 mL容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。

4.12.2 标定

移取20.00 mL EDTA标准溶液(4.14)三份分别于300 mL锥形瓶中, 随同标定做试剂空白。加入50 mL水, 20 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液(4.10), 加热至沸, 取下, 趁热加入7滴PAN指示剂(4.9), 用硫酸铜标准溶液(4.12.1)滴定至紫红色, 记下消耗硫酸铜标准滴定溶液体积 V_1 。

三份EDTA标准溶液(4.14)所消耗的硫酸铜标准溶液(4.12.1)的体积极差不超过0.05 mL时, 取其平均值。

按(1)式计算硫酸铜标准滴定溶液换算为EDTA标准溶液的体积比例系数:

$$K = \frac{20.00}{V_1 - V_{01}} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

K ——硫酸铜标准滴定溶液换算为EDTA标准溶液的体积比例系数。

20.00——移取EDTA标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V_1 ——标定时消耗硫酸铜标准滴定溶液体积, 单位为毫升(mL)。

V_{01} ——标定时试剂空白试验所消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL)。

4.13 Cu-EDTA 溶液。

将恰好标定至终点的溶液(4.12.2), 冷却即为Cu-EDTA。

4.14 EDTA 标准滴定溶液, 0.02 mol/L。

4.14.1 配制

称取7.45 g EDTA(二水合乙二胺四乙酸二钠), 置于300 mL烧杯中, 加水溶解后, 移入1 000 mL容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。

4.14.2 标定

移取20.00 mL铝标准溶液(4.11)三份, 分别置于400 mL烧杯中, 随同标定做试剂空白试验。加入180 mL水, 3滴甲基橙(4.8), 用氢氧化钠溶液(100 g/L)中和至橙色, 再用盐酸(4.3)调至橙色变为红色, 并过量1滴。加入20 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液(4.10), 2.0 mL Cu-EDTA溶液(4.13)和7滴PAN指示剂(4.9), 加热煮沸1 min, 取下。

趁热用EDTA标准滴定溶液(4.14.1)滴定至溶液由紫红色变为黄色, 再过量3.00 mL~5.00 mL, 记下消耗EDTA标准滴定溶液体积 V_2 , 煮沸10 min(在玻璃棒下压一小片定量滤纸防爆沸)取下, 立即用硫酸铜标准滴定溶液(4.12), 滴定至紫红色为终点, 记下消耗硫酸铜标准滴定溶液体积 V_3 。

三份铝标准溶液(4.11)所消耗的EDTA标准滴定溶液(4.14)体积的极差不超过0.05 mL时, 取其平均值。按(2)式计算EDTA标准滴定溶液对铝的滴定度。

$$T = \frac{0.020}{(V_2 - V_{02}) - k(V_3 - V_{03})} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- T ——1.00 mL EDTA 标准滴定溶液相当于铝的质量，单位为克每毫升 (g/mL)；
 0.020 ——移取铝标准溶液的质量，单位为克 (g)；
 V_2 ——加入 EDTA 标准滴定溶液的总容积，单位为毫升 (mL)；
 V_{02} ——标定时空白试验加入 EDTA 标准滴定溶液的总容积，单位为毫升 (mL)；
 V_3 ——标定时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；
 V_{03} ——标定试剂空白时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；
 K ——硫酸铜标准滴定溶液换算为 EDTA 标准溶液的体积比例系数。

5 试样

5.1 取样

化学成分分析用试样按 YS/T 579 的要求取样。

5.2 制样

试样应通过0.180 mm的筛孔，置于干燥器中待测。

6 分析步骤

6.1 试料量

称取0.20 g试样，精确至0.000 1 g。

6.2 测定次数

同一试料，应独立测定不少于 2 次。

注：“独立”是指在同一实验室，由同一操作员使用相同的设备、按相同的测试方法，在短时间内对同一被测对象独立进行测试。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验，所用试剂须取自同一试剂瓶。

6.4 验证试验

随同试料分析同类型标样。

6.5 测定

6.5.1 试料的分解

将试料(6.1)置于400 mL烧杯中，用少许水沿杯壁冲洗后加入10 mL盐酸(4.3)和10 mL硝酸(4.5)，盖上表面皿，低温加热使试料溶解至溶液冒大气泡，取下，用温热盐酸(4.4)将表面皿洗净后取出。

6.5.2 沉淀分离

向试液(6.5.1)中加入15 mL氯化钡溶液(4.6)，补加水至150 mL，加热煮沸1 min~2 min，取下，稍冷。在不断搅拌下，一次快速加入40 mL氢氧化钠溶液(4.7)，加热煮沸3 min~5 min，取下冷却至室温，移入250 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。用中速定量滤纸干过滤，弃去最初滤液。

6.5.3 试液的中和

移取50.00 mL滤液(6.5.2)于400 mL烧杯中，用水稀释至220 mL，加入3滴甲基橙溶液(4.8)，用盐酸(4.3)中和至橙色变为红色，并过量1滴。

6.5.4 滴定

向试液(6.5.3)加入20 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液(4.10)，2.0 mL Cu-EDTA溶液(4.13)和7滴PAN指示剂(4.9)，加热煮沸1 min，取下。

趁热用EDTA标准滴定溶液（4.14）滴定至溶液由紫红色变为黄色，再过量3.00 mL~5.00 mL，记下消耗EDTA标准滴定溶液体积 V_4 ，煮沸10 min（在玻璃棒下压一小片定量滤纸防爆沸）取下，立即用硫酸铜标准滴定溶液（4.12），滴定至紫红色为终点，记下消耗硫酸铜标准滴定溶液体积 V_5 。

7 分析结果及其表示

7.1 结果计算

按式（3）计算试样中铝的含量 W_{Al} ，以质量百分数表示：

$$W_{Al} = \frac{T \times [(V_4 - V_{04}) - K(V_5 - V_{05})]}{m \times r} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

T ——1.00 mL EDTA 标准滴定溶液相当于铝的质量，单位为克每毫升（g/mL）；

V_4 ——试液加入 EDTA 标准滴定溶液的总体积，单位为毫升（mL）；

V_{04} ——试剂空白时加入 EDTA 标准滴定溶液的的总体积，单位为毫升（mL）；

V_5 ——标定时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_{05} ——试剂空白时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m ——试料量，单位为克（g）；

K ——硫酸铜标准滴定溶液换算为 EDTA 标准溶液的体积比例系数。

r ——试液的分取比。

7.2 最终分析结果

同一试样两次测定结果的差值如不大于允许差，取其算术平均值作为分析结果，否则进行第三次测定；如三次测定结果的极差值不大于1.2倍允许差，取三次测定结果的算术平均值作为分析结果，否则进行第四次测定；四次测定结果的极差值如不大于1.3倍允许差，取四次测定结果的算术平均值作为分析结果，否则应查明原因重新分析。

分析结果应按GB/T 8170 的规定修约至与允许差小数相同位数。

8 允许差

同一样品的两个分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表1 允许差

质量分数：%

含量范围	允许差
10.00~20.00	0.30
>20.00	0.40