



中华人民共和国国家标准

GB 6900.4—86

粘土、高铝质耐火材料化学分析方法 EDTA 容量法测定氧化铝量

Fireclay and high-alumina refractories
—Determination of aluminium oxide content
—EDTA volumetric method

1986-09-16 发布

1987-09-01 实施

国家标准局 发布

粘土、高铝质耐火材料化学分析方法 EDTA容量法测定氧化铝量

UDC 666.76:543
.06

GB 6900.4-86

Fireclay and high-alumina refractories —Determination of aluminium oxide content —EDTA volumetric method

本标准适用于粘土、高铝质耐火材料中氧化铝量的测定。

测定范围：25.00~95.00%。

本标准遵守GB 1467-78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用混合熔剂熔融，盐酸浸取，氢氧化钠分离铁、钛后，加过量EDTA标准溶液，在弱酸性溶液中铝与EDTA络合，用亚硝基-R盐作指示剂，硫酸铜标准溶液回滴过量的EDTA，借以求得氧化铝量。

2 试剂

2.1 混合熔剂：1.5份无水碳酸钠，1.5份无水碳酸钾与0.7份硼酸混匀研细，贮于磨口瓶中。

2.2 盐酸（1+1）。

2.3 氢氧化钠溶液（50%）。

2.4 乙酸-乙酸铵缓冲溶液（pH4.5）：称取77g乙酸铵溶于水中，加58.9ml冰乙酸，用水稀释至1000ml，混匀。

2.5 亚硝基-R盐指示剂溶液（0.1%）。

2.6 酚酞指示剂溶液（1%）：称取1g酚酞溶于50ml乙醇中，用水稀释至100ml，混匀。

2.7 氧化铝标准溶液：称取0.5292g金属铝（99.999%）于塑料烧杯中，加约50ml水，5~10g氢氧化钠，使其溶解（必要时在水浴上低温加热溶解）。稍冷，加盐酸（ $\rho=1.19\text{g/ml}$ ）至呈酸性后过加约10ml，移入600ml烧杯中，加热煮沸使溶液透明，冷至室温，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.0010g氧化铝。

2.8 硫酸铜标准溶液（ $C_{\text{CuSO}_4} = 0.025\text{mol/L}$ ）：称取6.25g硫酸铜（ $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ）溶于水中，加4~5滴硫酸（ $\rho=1.84\text{g/ml}$ ），用水稀释至1000ml，混匀。

2.9 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准溶液（ $C_{\text{EDTA}} = 0.05\text{mol/L}$ ）：称取18.6gEDTA于烧杯中，分次加水搅拌至全部溶解（必要时可稍加热），冷却，用水稀释至1000ml，混匀。

按下述方法求硫酸铜标准溶液换算成EDTA标准溶液的换算系数（K值）：移取10.00mlEDTA标准溶液（2.9）加水至约200ml，加20ml乙酸-乙酸铵缓冲溶液（2.4），5ml亚硝基-R盐指示剂溶液（2.5），以硫酸铜标准溶液（2.8）滴定至试液由黄色经绿色最后变为黄绿色即为终点。

按式（1）计算K值：

$$K = \frac{10.00}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中：10.00——移取EDTA标准溶液的体积，ml；