

团体标准

T/HNNMIA 4—2019

铝土矿化学分析方法 硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法

Chemical analysis methods of bauxite Determination of sulfate content

Barium sulfate gravimetric method

(征求意见稿)

2019-XXXX-XXXX 发布

2019-XXXX-XXXX 实施

河南省有色金属行业协会 发布

前言

本技术标准按 GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》的有关规定编写。

本标准由河南省有色金属行业协会提出并归口

本技术标准起草单位：中铝中州铝业有限公司。

本技术标准主要起草人：张素霞 贾音 许慧慧 苏明珠 李景新 姜立萍 史红梅 傅英瑞

本技术标准为首次发布。

铝土矿化学分析方法 硫酸根含量的测定

硫酸钡重量法

1 范围

本技术标准规定了铝土矿中硫酸根含量的测定方法。

本技术标准适用于铝土矿中硫酸根含量的测定，测定范围 $\geq 0.0286\%$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本技术标准的引用而成为本技术标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本技术标准，然而，鼓励根据本技术标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本技术标准。

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 25949 铝土矿 样品制备

3 方法原理

试样用盐酸分解。试液中加入氯化钡溶液与硫酸根生成硫酸钡沉淀，在沉淀前预先加入一定量的乙二胺四乙酸二钠消除 Al^{3+} 、 Fe^{3+} 等金属离子的干扰。由硫酸钡的量计算出样品中硫酸根的含量。

4 试剂

本方法所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682 中规定的三级水(不含二氧化碳)或相当纯度的水。

4.1 盐酸：12mol/L

4.2 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)：固体

4.3 盐酸溶液：1+1。

量取500mL12mol/L 的盐酸，注入500mL水中，摇匀。

4.4 氯化钡溶液：100g/L。

称取 100g 氯化钡溶于 500mL 水中，倒入容量瓶中稀释至 1L。

4.5 硝酸银溶液：0.05mol/L

0.85g 硝酸银于水中，加 4mL 浓硝酸，用水稀释至 100mL。

5 仪器

5.1 分析天平：精确至0.1mg

5.2 电热板：功率 $\geq 3600W$ ，温控精度为 $1^{\circ}C$

5.3 电炉：功率 $\geq 3000W$

5.4 箱式电阻炉：能控制温度在 $(800 \pm 20)^{\circ}C$

5.5 电热多孔恒温水浴锅：能控制温度在 $(95 \pm 5)^{\circ}C$

5.5 瓷坩埚：30mm \times 30mm

6 试样

按GB/T 25949中的规定进行样品制备。破碎后样品能通过74 μ m的筛子，满足测定铝土矿的化学性能要求。试样预先在105~110℃烘干2h，置于干燥器中，冷却至室温。

7 分析步骤

7.1 试料

称取5 g 试样（6），精确至0.1mg。

7.2 测定次数

平行测定两次，取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 溶样

将试料（7.1）置于250mL烧杯中，加入20mL盐酸溶液（4.3），盖上表面皿，混匀后放在电热板上缓慢加热煮沸，蒸发至干。加入3~5mL盐酸（4.1），蒸发至干。

7.4.2 残渣分离

取下烧杯，冷却，加入2mL盐酸溶液（4.3）和50mL水，加热煮沸2~3 min。以慢速滤纸过滤到500mL烧杯中，用温度高于70℃的热水洗涤残渣8~10次（约250mL滤液），用水稀释至300mL。

7.4.3 沉淀

滤液在搅拌状态下加入2.0g固体EDTA（4.2），搅拌。加热至微沸，在不断搅拌下，逐滴加入10mL氯化钡溶液（4.4）。盖上表面皿，在80~95℃水浴锅中保温一个小时以上，室温静置过夜。

7.4.4 过滤和灼烧

以倾斜法用慢速定量滤纸过滤，将沉淀全部转入滤纸中，用高于70℃的热水洗涤沉淀4~5次，再洗涤沉淀和滤纸多次，直至用硝酸银溶液（4.5）检验滤液中无氯离子为止。将沉淀连同滤纸放入预先已在（800 \pm 20）℃灼烧至恒重的瓷坩埚中，在不高于600℃且与空气充分接触的条件下灰化完全后，置于高温炉中（800 \pm 20）℃灼烧60分钟。取出坩埚，盖好坩埚盖，稍冷，置于干燥器中冷却至室温，称量。重复灼烧20min，直至恒重。

8 结果计算

按公式（1）计算硫酸根的质量分数（%）：

$$\omega(\text{SO}_4^{2-})\% = \frac{0.4116(m_2 - m_1)}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

0.4116 — 硫酸钡换算为硫酸根的系数；

m_2 — 试料测定时硫酸钡的质量，单位为克（g）；

m_1 — 空白测定时硫酸钡的质量，单位为克（g）；

m_0 — 称取试样的质量，单位为克（g）。

计算结果保留到小数点后3位，数据修约按GB/T 8170的规定进行。

9 结果的精密度

9.1 重复性

两个在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值超过重复性限(r)的情况不超过5%。重复性限按以下数据采用线性内插法求得。

表1、重复性限

SO ₄ ²⁻ (%)	0.06	0.38	1.45
重复性限r (%)	0.014	0.034	0.103

9.2 再现性

两个在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值超过再现性限(R)的情况不超过5%。再现性限按以下数据采用线性内插法求得。

表2、再现性限

SO ₄ ²⁻ (%)	0.06	0.38	1.45
再现性限R (%)	0.017	0.042	0.121

10 质量保证和控制

应用控制样品，每月至少对本标准的有效性校核一次。当失效时应找出原因，纠正后进行校核。