

技术方法

铬铁矿中三氧化二铝含量测定的方法研究

赵 琪

(中国冶金地质勘查总局山东地质测试中心, 济南 250014)

[摘 要] 铬铁矿试样经碱熔, 直接分离铁, 再酸化, 中和后用六次甲基四胺沉淀铝与铬分离, 沉淀酸溶, 用氟盐取代-EDTA 容量法测定三氧化二铝。该法充分消除了铁的干扰, 使滴定终点比 DZG93-012(铬铁矿操作规程——氟盐取代—EDTA 容量法测定三氧化二铝)方法的滴定终点更清晰、准确, 结果重现性好。

[关键词] 铬铁矿 三氧化二铝 容量法

[中图分类号] O655 [文献标识码] A [文章编号] 0495-5331(2002)04-0071-02

1 实验一

1.1 试剂

铬铁矿标样 GBW07201 ($\text{Al}_2\text{O}_3 = 12.10\%$); 过氧化钠(粉状); 氢氧化钠(粒状); 盐酸($\rho = 1.19 \text{ g/mL}$); 盐酸(1+1); 氯化铵; 盐酸(1+5); 氨水(1+1); EDTA 溶液(40 g/L): 称取 40 g 乙二胺四乙酸二钠盐溶于水中, 用水稀至 1000 mL; 乙酸—乙酸钠缓冲溶液($\text{pH} = 5.5$): 称 204 g 无水乙酸钠, 在不断搅拌下慢慢加入 500 mL 温水中, 溶解后加入 10 mL 冰乙酸, 加水稀释至 1000 mL; 氟化钾(KF) = 100 g/L; 氯化铵溶液($\text{NH}_4\text{Cl} = 10 \text{ g/L}$); 六次甲基四胺溶液(六次甲基四胺) = 200 g/L; 铝标准溶液($\text{Al}_2\text{O}_3 = 1 \text{ mg/mL}$); 乙酸锌标准溶液 C($\text{ZnAc}_2 = 0.02000 \text{ mol/L}$); 二甲酚橙指示剂溶液(2 g/L)。

1.2 分析步骤

1) 称取铬铁矿标样 GBW07201 ($\text{Al}_2\text{O}_3 = 12.10\%$) 0.2000 g 平行样 10 份, 随同试料进行不少于 2 份空白试验, 所用试剂需取自同一瓶试剂。

2) 将试料置于镍坩中, 加 3~4 g 过氧化钠和 1~2 g 氢氧化钠, 于溶样炉上由低温开始加热。700 时熔融 5 min, 期间摇动一次, 取出, 摇动坩埚使熔物附于坩埚壁上, 冷却后用热水溶取熔物, 置于 200 mL 烧杯中, 用擦棒和极少量盐酸(1+1)洗净坩埚, 洗液并入烧杯中, 在电热板上加热煮沸 1~2 min, 趁热用快速定量滤纸过滤^[1], 滤液盛接于 200

mL 烧杯中, 用热的 2% 的 NaOH 溶液和水洗涤沉淀 5~8 次, 沉淀可用作测 TFe 用。

3) 上述滤液加入 20 mL 浓盐酸, 搅匀后, 加 2 g 氯化铵, 用氨水(1+1)中和至沉淀刚出现, 再加盐酸(1+1)使沉淀溶解, 滴加 6 次甲基四胺溶液至产生浑浊并过量 15 mL, 加热微沸, 稍放置。待沉淀凝聚后, 趁热用中速定量滤纸过滤, 沉淀与烧杯用热的氯化铵溶液洗涤 3~4 次。

4) 将沉淀用 10 mL 热的盐酸(1+1)分 4 次溶解于原烧杯中, 用热的盐酸(2%)和热水洗涤滤纸 5~8 次, 至滤液体积 50 mL, 加 10 mL EDTA 溶液, 加热煮沸 1 min, 加 3 滴二甲酚橙指示剂溶液, 滴加氨水(1+1)调至紫色, 再滴加盐酸(1+5)使试液变黄, 加 10 mL 缓冲溶液, 加热煮沸 3 min, 冷却后加 3 滴二甲酚橙指示剂溶液, 用乙酸锌标准溶液, 滴定至橙红色(不必计数)。

5) 加入 10 mL 氟化钾溶液, 煮沸 2 min, 冷却, 加 3 滴二甲酚橙指示剂溶液, 用乙酸锌标准溶液滴定至橙红色为终点, 记下此读数。

6) 分析结果的计算:

$$(\text{Al}_2\text{O}_3) / 10^{-2} = \frac{T_{\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZnAc}_2} \times (V_1 - V_0)}{m_s} \times 100 - (\text{TiO}_2) / 10^{-2} \times 0.638$$

式中: T—每毫升乙酸锌标准溶液相当于 Al_2O_3 的量, g/mL。

V_1 —样品滴定数, mL

[收稿日期] 2002-05-27; [修订日期] 2002-06-03; [责任编辑] 余大良。

付景璐, 于修竹, 张惠民, 等. 岩石矿物分析. 冶金山东地勘局编写, 1991。

[作者简介] 赵琪(1970年-), 女, 1992年毕业于山东师范大学, 现主要从事岩矿分析和进出口矿产品分析工作。

V_0 —空白滴定数, mL

m_s —试样称样量, g

0.638— TiO_2 换算成 Al_2O_3 的系数

标定过程同 DZG93 - 012, $T_{Al_2O_3/ZnAc_2} =$

0.0017123g/mL

分析结果见表 1。

表 1 实验一测试结果 %

样品 编号	滴定数 ($v_1 - v_0$)	($Al_2O_3 +$ TiO_2)	(TiO_2)	(Al_2O_3)	绝对误差
1	14.20	12.16	0.10	12.10	0.00
2	14.15	12.11	0.12	12.03	- 0.07
3	14.20	12.16	0.11	12.09	- 0.01
4	14.15	12.11	0.10	12.05	- 0.05
5	14.20	12.16	0.13	12.08	- 0.02
6	14.15	12.11	0.12	12.03	- 0.07
7	14.20	12.16	0.10	12.10	0.00
8	14.15	12.11	0.11	12.04	- 0.06
9	14.15	12.11	0.13	12.03	- 0.07
10	14.15	12.11	0.13	12.03	- 0.07

注:由中冶勘山东地质测试中心赵琪分析并计算。

2 实验二

同样称取铬铁矿标样 GBW07201(Al_2O_3) 12.10%)0.2000 g 平行样 10 份, 随同试样进行不少于 2 份空白试验; 试剂和分析步骤详见《铬铁矿操作规程——氟盐取代—EDTA 容量法测定三氧化二铝》(DZG93 - 012)^[2], 结果计算同 1.2.6。

分析结果见表 2。

表 2 实验二测试结果 %

样品 编号	滴定数 ($v_1 - v_0$)	($Al_2O_3 +$ TiO_2)	(TiO_2)	(Al_2O_3)	绝对误差
1	14.05	12.03	0.10	11.97	- 0.13
2	14.20	12.16	0.12	12.08	- 0.02
3	14.25	12.20	0.13	12.12	0.02
4	14.00	11.99	0.11	11.92	- 0.18
5	14.30	12.24	0.11	12.17	0.07
6	14.25	12.20	0.10	12.14	0.04
7	14.20	12.16	0.10	12.10	0.00
8	14.05	12.03	0.13	11.95	- 0.15
9	14.00	11.99	0.13	11.91	- 0.19
10	14.25	12.20	0.13	12.14	0.04

注:由中冶勘山东地质测试中心赵琪分析并计算。

3 结果分析

由以上实验可以看出:实验一由于分离了铁, 消除了干扰, 所得结果与标准值 12.10% 比较均不超差, 最高值与最低值仅差 0.07%, 且滴定终点突跃大, 颜色变化明显, 使操作过程更易掌握。实验二由于没有消除铁的干扰, 滴定终点颜色突跃迟钝, 不易观察, 结果与标准值比较虽然也在误差范围内(进出口铬铁矿允许误差为 0.3×10^{-2}), 但最高与最低值相差 0.26%, 重现性差。由此可见, 该方法比 DZG93 - 012 有一定优越性。

[参考文献]

- [1] 西北地质科学研究所集体编写. 铬铁矿分析[M]. 北京:地质出版社, 1977.
- [2] 许嘉绩, 许大兴, 沈慧君, 等. 岩石和矿石分析规程[M]. 西安:陕西科学出版社, 1993.

THE METHOD INVESTIGATION ON ALUMINUM OXIDE ASSAY IN CHROMITES

ZHAO Qi

(Shandong test Center of China Exploration and Engineering Bureau, Jinan 250014)

Abstract: The samples from chromites were firstly melted with base to separate iron out. After acidification and neutralization, hexamethylene-tetramine was added to precipitate aluminum so that it was separated from chromium. The precipitate was then dissolved in acid. Aluminum oxide was assayed by fluorinate replacement - EDTA volumetric titration. The interference of iron was eliminated by this method, which made the end point clearer and more accurate than DZG93 - 012 "The Operation Procedure for Chromites - Fluorhydric Acid Replacement - Assay of Aluminum Oxide by EDTA Volumetric Titration". The reproducibility was also better. This work compared this new method with DZG93 - 012.

Key words: Chromites, Aluminum Oxide, Volumetric titration