

中华人民共和国国家标准

黄铜化学分析方法 重铬酸盐滴定法测定铁量

UDC 669.35'5:543
244.6:546.72

GB 5122.3—85

Methods for chemical analysis of brass
The dichromate titrimetric method for the
determination of iron content

本标准适用于铝黄铜、锰黄铜、铁黄铜中铁量的测定。测定范围： $>0.50\sim 4.00\%$ 。
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

试样用盐酸和硝酸溶解后，加入氯化铵，用氢氧化铵使铁沉淀，沉淀溶于盐酸后，以钨酸钠为指示剂用三氯化钛还原铁，用重铬酸钾标准溶液滴定。试样中含砷、锑时，氢氧化物沉淀溶于硝酸和硫酸，用氢溴酸处理，使砷、锑挥发后再进行。

2 试剂

- 2.1 氯化铵。
- 2.2 硝酸（1 + 1）。
- 2.3 盐酸（1 + 1）。
- 2.4 氢溴酸（比重1.49）。
- 2.5 硫酸（1 + 1）。
- 2.6 氢氧化铵（比重0.90）。
- 2.7 氢氧化铵（1 + 99）。
- 2.8 混合酸：于650 ml水中边搅拌边加入150 ml硫酸（比重1.84），再加入200 ml磷酸（比重1.69），混匀。
- 2.9 过氧化氢（比重1.10）。
- 2.10 三氯化钛溶液：取15~20%三氯化钛溶液，用盐酸（5 + 95）稀释20倍，混匀。
- 2.11 硫酸亚铁铵溶液：称取4.5 g硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ ，用硫酸（5 + 95）溶解，并稀释至1000 ml，混匀。
- 2.12 重铬酸钾标准溶液（0.0100 N）：称取0.4903 g预先经145~150℃烘至恒量并置于干燥器中冷却至室温的基准重铬酸钾，置于250 ml烧杯中，用水溶解，移入1000 ml容量瓶中，用水稀至刻度，混匀。
- 2.13 钨酸钠溶液（25%）：称取25 g钨酸钠，溶于70 ml水中，如有沉淀则过滤，加入3 ml磷酸（比重1.69），用水稀释至100 ml，混匀。
- 2.14 二苯胺磺酸钠溶液（0.2%）。

3 分析步骤

3.1 试样量

按表1称取试样。

国家标准局1985-04-24发布

1986-02-01实施

表 1

铁量, %	试样量, g
>0.50~1.0	1.000
>1.0~2.0	0.8000
>2.0~4.0	0.5000

3.2 空白试验

随同试样做空白试验, 进行至3.3.4为止, 加入2.00 ml硫酸亚铁铵溶液(2.11)、10 ml混合酸(2.8)、3滴二苯胺磺酸钠溶液(2.14), 用重铬酸钾标准溶液(2.12)滴定至溶液呈现紫色30 s不消失为终点, 记下消耗的重铬酸钾标准溶液的体积为 V_1 , 再加2.00 ml硫酸亚铁铵溶液(2.11), 再用重铬酸钾标准溶液(2.12)滴定至终点, 记下消耗的重铬酸钾标准溶液的体积为 V_2 。

3.3 测定

3.3.1 将试样(3.1)置于500 ml烧杯中, 加入5 ml盐酸(2.3)、10 ml硝酸(2.2), 盖上表皿, 加热使试样分解, 煮沸除去氮的氧化物, 用水洗涤表皿和烧杯内壁并用水稀释至150 ml。

3.3.2 加入3 g氯化铵(2.1), 用氢氧化铵(2.6)中和至铜离子全部转化为铜氨络离子, 再过量3 ml, 煮沸1~2 min, 静置5 min, 过滤, 沉淀及烧杯用热氢氧化铵(2.7)洗涤2或3次, 弃去滤液。根据试样中砷、锑的含量, 分别按3.3.2.1或3.3.2.2处理沉淀。

3.3.2.1 试样中砷量低于0.05%; 锑量低于0.01%

将沉淀用加入数滴过氧化氢(2.9)的20 ml热盐酸(2.3)溶解于原烧杯中, 滤纸用热水洗涤3或4次, 洗液并入主液中。

3.3.2.2 试样中砷量等于或大于0.05%, 锑量等于或大于0.01%

将沉淀用10 ml硝酸(2.2)、5 ml硫酸(2.5)溶解于原烧杯中, 滤纸用热水洗涤3或4次, 洗液并入主液。加热蒸发至冒白烟, 稍冷, 加入10 ml氢溴酸(2.4), 加热蒸发至近干。再用氢溴酸(2.4)处理一次。冷却, 加入20 ml盐酸(2.3)和几滴过氧化氢(2.9)。以下按3.3.3进行。

3.3.3 盖上表皿, 加热煮沸, 破坏过氧化氢, 用水稀释至150 ml, 加入2 g氯化铵(2.1), 再用氢氧化铵沉淀分离一次, 弃去滤液。

3.3.4 将滤纸上的沉淀用加入几滴过氧化氢(2.9)的20 ml热盐酸(2.3)溶解于原烧杯中, 滤纸用热水洗涤3或4次, 洗液并入主液中, 盖上表皿, 加热煮沸, 破坏过氧化氢, 冷却, 洗涤表皿并移去。

3.3.5 用水稀释至约130 ml, 搅拌, 加15滴钨酸钠溶液(2.13), 滴加三氯化钛溶液(2.10)至出现稳定的蓝色, 用重铬酸钾标准溶液(2.12)缓慢滴定至蓝色消失, 不记毫升数, 立即加入10 ml混合酸(2.8)、3滴二苯胺磺酸钠溶液(2.14), 用重铬酸钾标准溶液(2.12)滴定至溶液呈紫色, 30 s不消失为终点。

4 分析结果的计算

按下式计算铁的百分含量:

$$\text{Fe}(\%) = \frac{[V - (V_1 - V_2)] C \times 0.05585}{m} \times 100$$

式中: V —— 滴定试液时所消耗的重铬酸钾标准溶液的体积, ml;

V_1 ——第一次滴定试剂空白时所消耗的重铬酸钾标准溶液的体积, ml;

V_2 ——第二次滴定试剂空白时所消耗的重铬酸钾标准溶液的体积, ml;

C ——重铬酸钾标准溶液的浓度, N;

m ——试样量, g;

0.0585 —— 1 N 重铬酸钾标准溶液相当的铁量, g/ml。

5 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差:

铁 量	允 许 差
>0.50~1.00	0.05
>1.00~2.00	0.06
>2.00~4.00	0.10

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由西北铜加工厂负责起草。

本标准由秦川机械厂、西北铜加工厂共同起草。

自本标准实施之日起, 原冶金工业部部标准 YB 54—76《黄铜化学分析方法》标准作废。