

黄铜化学分析方法 硫酸亚铁铵滴定法测定锰量

Methods for chemical analysis of brass
The ammonium ferrous sulfate titrimetric
method for the determination of manganese content

本标准适用于锰黄铜、铁黄铜、铝黄铜中锰量的测定。测定范围：>0.50~4.00%。
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

试样用硝酸分解，在磷酸和硝酸银存在下，用过硫酸铵将锰氧化成高锰酸，冷至室温后以苯代邻氨基苯甲酸作指示剂，用硫酸亚铁铵标准溶液进行滴定。

2 试剂

2.1 硝酸（1+1）。

2.2 磷酸（3+97）。

2.3 过磷酸铵溶液（20%）。

2.4 硝酸银溶液（1%）。

2.5 锰标准溶液：称取0.2000g纯锰（纯度99.9%以上），加入10ml硝酸（2.1）使其溶解，煮沸除去氮的氧化物，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.2mg锰。

2.6 硫酸亚铁铵标准溶液（约0.025N）

2.6.1 配制

称取10g硫酸亚铁铵〔(NH₄)₂SO₄·FeSO₄·6H₂O〕，加入500ml水，在边搅拌下边缓慢加入50ml硫酸（比重1.84），加热使其溶解，冷却，用水稀释至1000ml，混匀。

2.6.2 标定

移取30.00ml锰标准溶液（2.5），加入10ml硝酸（2.1），以下按3.2.2进行。

按公式（1）计算硫酸亚铁铵标准溶液对锰的滴定度：

$$T = \frac{0.006}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中：T——硫酸亚铁铵标准溶液对锰的滴定度，g/ml；
V——滴定时所消耗的硫酸亚铁铵标准溶液的体积，ml。

2.7 苯代邻氨基苯甲酸溶液（0.2%）：称取0.6g试剂，加入300ml水及0.6g无水碳酸钠，搅拌使其溶解。

3 分析步骤

3.1 试样量

按表1称取试样。

表 1

锰量, %	试样量, g
>0.5~1.0	0.5000
>1.0~2.0	0.3000
>2.0~4.0	0.2000

3.2 测定

3.2.1 将试样 (3.1) 置于 300 ml 锥形瓶中, 加入 10 ml 硝酸 (2.1), 加热使其溶解, 煮沸除去氮的氧化物。

3.2.2 加入 100 ml 磷酸 (2.2)、10 ml 过硫酸铵溶液 (2.3)、5 ml 硝酸银溶液 (2.4), 煮沸 6~7 min, 以流水冷却至室温。用硫酸亚铁铵标准溶液 (2.6) 滴定至溶液变成浅灰色, 加入 3 滴苯代邻氨基甲酸溶液 (2.7), 再缓慢地滴定至溶液由紫色转变成亮绿色为终点。

4 分析结果的计算

按公式 (2) 计算锰的百分含量:

$$Mn (\%) = \frac{T \cdot V}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: T ——硫酸亚铁铵标准溶液对锰的滴定度, g/ml;
 V ——滴定时所消耗的硫酸亚铁铵标准溶液的体积, ml;
 m ——试样量, g。

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:

表 2 %

锰量	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。

本标准由西北铜加工厂研究所起草。

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》作废。