

中华人民共和国国家标准

黄铜化学分析方法  
苯甲酸铵分离—EDTA 络合  
滴定法测定铝量

UDC 669.35/5:543  
.244.6:546.621

GB 5122.6—85

Methods for chemical analysis of brass  
The ammonium benzoate separation — EDTA  
complexometric titration method for the  
determination of aluminum content

本标准适用于铝黄铜和锰黄铜中铝量的测定。测定范围： $>0.50\sim 7.00\%$ 。

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

试样用硝酸溶解，滴加氢氧化铵至刚生成铜的沉淀，然后用盐酸溶解沉淀，加入缓冲溶液和盐酸羟胺并加热，加入苯甲酸铵使铝沉淀，过滤，沉淀用盐酸溶解，加入过量的EDTA，以2,5-二硝基酚为指示剂，用氢氧化铵和盐酸调节酸度，煮沸冷却后，加入六次甲基四胺，用二甲酚橙为指示剂，以锌标准溶液滴定过量的EDTA。

## 2 试剂

2.1 盐酸(1+1)。

2.2 盐酸(1+2)。

2.3 盐酸(1+4)。

2.4 盐酸(1N)。

2.5 硝酸(1+1)。

2.6 硝酸(1+100)。

2.7 氢氧化铵(1+1)。

2.8 过氧化氢(1+9)。

2.9 缓冲溶液：向1000 ml盐酸(2.4)中，加入190 g乙酸钠( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )混匀。此溶液约为pH4.4。

2.10 盐酸羟胺溶液(10%)。

2.11 苯甲酸铵溶液(8%)。

2.12 苯甲酸铵洗涤液：将400 ml水、50 ml苯甲酸铵溶液(2.11)和50 ml盐酸羟胺溶液(2.10)混匀。

2.13 六次甲基四胺溶液(30%)。

2.14 铝标准溶液：称取1.000 g纯铝(纯度99.9%以上)，置于300 ml烧杯中，加入20 ml 30%氢氧化钠溶液，缓慢加热溶解，用盐酸(2.1)调至微酸性，冷却，移入1000 ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含1 mg铝。

2.15 锌标准溶液(0.02000 M)：称取1.308 g纯锌(纯度99.99%以上)，置于300 ml烧杯中，以

尽量少的盐酸(2.1)溶解后,调节至pH 2~3,移入1000ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

**2.16 EDTA标准溶液(0.02000 M)**

**2.16.1 配制**

将7.445g基准乙二胺四乙酸二钠(C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>8</sub>Na<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O)溶解于约200ml水中,移入1000ml容量瓶中,用水稀释至刻度。混匀。贮存于聚乙烯容器中。

**2.16.2 标定**

移取20.00ml铝标准溶液(2.14)于500ml烧杯中,以下按3.2.4~3.2.6进行。

按公式(1)计算EDTA标准溶液对铝的滴定度:

$$T = \frac{0.02}{V_1 - V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中: T——EDTA标准溶液对铝的滴定度, g/ml;  
 V<sub>1</sub>——加入EDTA标准溶液的体积, ml;  
 V<sub>2</sub>——滴定时所消耗锌标准溶液的体积, ml。

**2.17 2, 5-二硝基酚溶液:** 0.1g 2, 5-二硝基酚溶解于50ml乙醇,加入50ml水,混匀。

**2.18 二甲酚橙溶液(0.2%)。**

**3 分析步骤**

**3.1 试样量**

按表1称取试样。

表 1

| 铝量, %      | 试样量, g |
|------------|--------|
| >0.50~4.00 | 0.5000 |
| >4.00~5.00 | 0.4000 |
| >5.00~7.00 | 0.3000 |

**3.2 测定**

**3.2.1** 将试样(3.1)置于300ml烧杯中,盖上表皿,加入10ml硝酸(2.5),缓慢加热使试样完全溶解。

如试样中含锡则浓缩成糊状,然后加入10ml硝酸(2.6)以溶解可溶性盐类,此时若有锰的氧化物就滴加过氧化氢(2.8)还原锰,加热煮沸以分解过量的过氧化氢。加入约30ml温水于温处静置1h后,用致密滤纸过滤并以温硝酸(2.6)充分洗涤沉淀,控制溶液体积不超过80ml,弃去沉淀。

**3.2.2** 加水至体积约为80ml,滴加氢氧化铵(2.7)至产生微量沉淀(要分次少量滴加氢氧化铵以免过量,操作时要尽量避免不使沉淀附着在烧杯内壁上),立即滴加盐酸(2.3)使沉淀溶解成清澈溶液,加入70ml缓冲溶液(2.9)和15~20ml盐酸羟胺溶液(2.10),加热煮沸,加入25ml苯甲酸铵溶液(2.11),充分搅拌后放置15~20min使沉淀陈化。

**3.2.3** 用中速滤纸过滤沉淀,以温苯甲酸铵洗涤液(2.12)充分洗涤后,用温水和温盐酸(2.2)将沉淀洗入原烧杯中,加热使沉淀溶解完全。

**3.2.4** 溶液在流水中冷却,按表2加入EDTA标准溶液(2.16)。

表 2

| 铝 量, %   | EDTA标准溶液用量, ml |
|----------|----------------|
| >0.5~1.0 | 20.00          |
| >1.0~2.5 | 30.00          |
| >2.5~7.0 | 50.00          |

**3.2.5** 加4滴2, 5-二硝基酚溶液 (2.17), 用氢氧化铵 (2.7) 中和至溶液呈黄色, 然后滴加盐酸 (2.4) 至溶液变无色后, 再过量1.5ml, 加热, 开始沸腾后再煮沸约2 min, 立即加入8滴二甲酚橙溶液 (2.18), 用水稀释至约250ml, 于流水中冷却。

**3.2.6** 加入5 ml六次甲基四胺溶液 (2.13), 用锌标准溶液 (2.15) 滴定至溶液由黄色变为红紫色即为终点。

#### 4 分析结果的计算

按公式 (2) 计算铝的百分含量:

$$Al(\%) = \frac{(V_1 - V_2) T}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:  $V_1$ ——加入EDTA标准溶液的体积, ml;  
 $V_2$ ——滴定时所消耗锌标准溶液的体积, ml;  
 $T$ ——EDTA标准溶液对铝的滴定度, g/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3所列允许差:

表 3

%

| 铝 量        | 允 许 差 |
|------------|-------|
| >0.50~1.50 | 0.07  |
| >1.50~3.00 | 0.10  |
| >3.00~5.00 | 0.15  |
| >5.00~7.00 | 0.20  |

**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。

本标准由上海冶炼厂、山西柴油机厂起草。

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