

中华人民共和国国家标准

黄铜化学分析方法
电解分离-EDTA 滴定法
测定铅量

UDC 669.35/5:543
.244.6:546.815

GB 5122.2—85

Methods for chemical analysis of brass
The electrolytic separation-EDTA titrimetric method
for the determination of lead content

本标准适用于铅黄铜中铅量的测定。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

试样溶解于硝酸后，用电解法使铅与其他元素分离，将阳极上析出的二氧化铅溶于加有过氧化氢的硝酸中，用邻二氮杂菲及氟化钾掩蔽少量锰、锡等杂质，调整酸度后以半二甲酚橙为指示剂，用EDTA标准溶液滴定。

2 试剂

2.1 硝酸（1+1）。

2.2 硝酸（1+4）。

2.3 盐酸（1+1）。

2.4 过氧化氢（1+9）。

2.5 氢氧化铵（比重0.90）。

2.6 邻二氮杂菲溶液（0.5%）：1g邻二氮杂菲，加入200ml水及2ml盐酸（2.3），搅拌至溶解。

2.7 氟化钾溶液（1%）。

2.8 六次甲基四胺溶液（30%）。

2.9 铅标准溶液：称取1.000g纯铅（纯度99.9%以上），溶于25ml硝酸（1+2）中，煮沸除去氮的氧化物，冷却，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含1mg铅。

2.10 EDTA标准溶液（约0.005M）。

2.10.1 配制

将1.86g乙二胺四乙酸二钠（ $C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$ ）溶于水中，稀释至1000ml，混匀。贮存于聚乙烯容器中。

2.10.2 标定

移取10.00ml铅标准溶液（2.9）于300ml烧杯中，滴加5~6滴麝香草酚蓝溶液（2.11），滴加氢氧化铵（2.5）至溶液由红变黄，再滴加盐酸（2.3）至恰成红色，用水稀释至100ml，加入10ml邻二氮杂菲溶液（2.6），5ml氟化钾溶液（2.7）、10ml六次甲基四胺溶液（2.8）、2滴半二甲酚橙指示剂溶液（2.12），用EDTA标准溶液滴定溶液由玫瑰红色变成亮黄色为终点。

按公式（1）计算EDTA标准溶液对铅的滴定度：

$$T = \frac{0.0100}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中：T——EDTA标准溶液对铅的滴定度，g/ml；
 V——滴定时所消耗的EDTA标准溶液的体积，ml。

2.11 麝香草酚蓝溶液：0.2g试剂溶于100ml乙醇（1+4）中，混匀。

2.12 半二甲酚橙指示剂溶液（0.5%）。

3 仪器

3.1 电解仪：具有搅拌器、电流表、电压表。

3.2 铂电极A（见图1）。

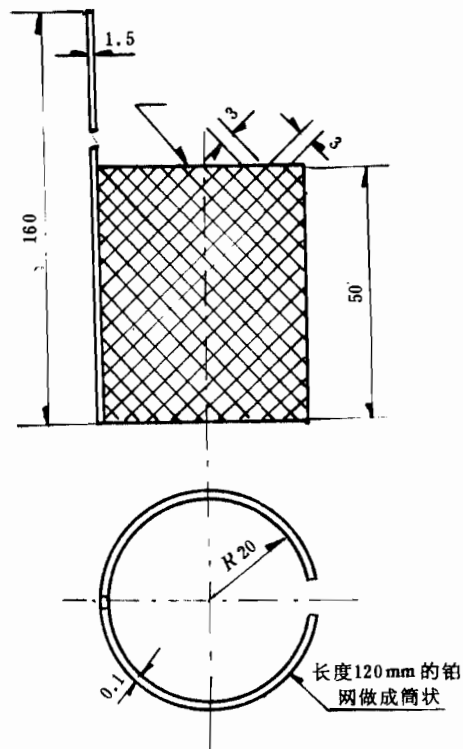


图1 铂电极A

3.3 铂电极B（见图2）。

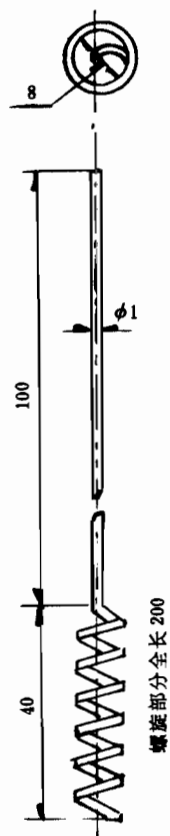


图 2 铂电极 B

3.4 半圆形表皿 (见图 3)。

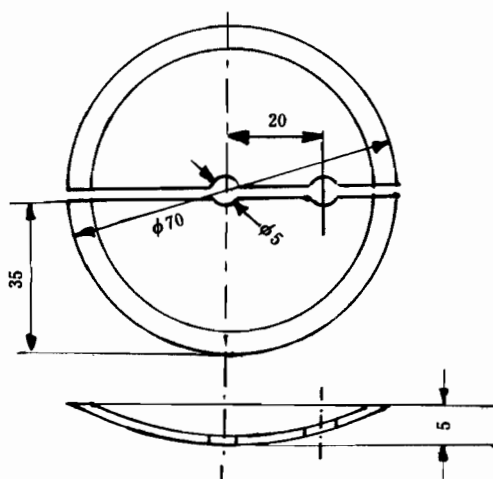


图 3 半圆形表皿

3.5 电解用烧杯 (见图 4)。

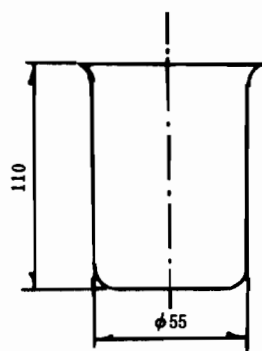


图 4 电解用烧杯

4 分析步骤

4.1 试样量

称取1.000g试样。

4.2 测定

4.2.1 将试样(4.1)置于电解用烧杯中,加入20ml硝酸(2.1),盖上表皿,加热溶解,煮沸除去氮的氧化物,用水洗涤表皿及烧杯内壁,加水至150ml左右,用洗净的铂电极A作阳极,铂电极B作阴极,插入溶液,用二个半圆形表皿盖上烧杯,用1A电流在搅拌下电解30~40min。

用水冲洗表皿、烧杯内壁和电极,继续电解10min,如新浸没的电极部分不再有铅析出则表明电解已完全,在不切断电流下,迅速地移下烧杯,立即用三个盛有水的烧杯连续浸洗电极。

4.2.2 取下阳极置于300ml烧杯中,加入10ml热硝酸(2.2)和1~2ml过氧化氢(2.4)溶解二氧化铅,用水冲洗电极并取出。将溶液煮沸破坏过剩的过氧化氢,冷却,滴加5~6滴麝香草酚蓝溶液(2.11),用氢氧化铵(2.5)中和至溶液由红变黄,再滴加盐酸(2.3)至恰成红色,用水稀释至130ml,加入10ml邻二氮杂菲溶液(2.6)、5ml氟化钾溶液(2.7)、10ml六次甲基四胺溶液(2.8)、2滴半二甲酚橙指示剂溶液(2.12),用EDTA标准溶液(2.10)滴定至溶液由玫瑰红色变成亮黄色为终点。

5 分析结果的计算

按公式(2)计算铅的百分含量:

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

式中: V ——滴定时所消耗的EDTA标准溶液的体积, ml;

T ——EDTA标准溶液对铅的滴定量, g/ml;

m ——试样量, g。

6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差:

GB 5122.2—85

%	
铅 量	允 许 差
>0.50~1.50	0.06
>1.50~2.00	0.10
>2.00~4.00	0.14

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科研所起草。

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》标准作废。