

中华人民共和国冶金工业部
ZHONGHUA RENMIN GONGHEGUO YEJIN GONGYEBU

部 标 准
BU BIAOZHUN

镍铜合金(NCu28-2.5-1.5)
化学分析方法

YB 596-65

YS/T 325-1994

北 京

1 9 6 6

目 次

总 则

一、銅量的測定.....	1
二、鉄量の測定.....	2
三、錳量の測定.....	3
四、鎂量の測定.....	4
五、鉛量の測定.....	6
六、鉍量の測定.....	7
七、銻量の測定.....	8
八、磷量和砷量の測定.....	10
九、硅量の測定.....	11
十、硫量の測定.....	13
十一、碳量の測定.....	14

中华人民共和国 冶金工业部	部 标 准	Y B 596—65
	镍铜合金 (NCu28-2.5-1.5) 化学分析方法	Ⅰ 59

总 则

1. 本标准适用于 Y B 144—65 “镍和镍合金加工产品化学成分”中 NCu28-2.5-1.5 化学成分的测定。仲裁分析必须按本标准中所列的方法进行。

2. 标准中所列的允许误差系指：在所列允许误差绝对值两倍以内者（即±若干），均应认为有效，乃求得其平均值。在平行分析结果中若极少数数据超出所列允许误差绝对数值两倍时，可视数据分布情况，如认为所得数据已足够确定分析结果时，可权宜弃去不参加平均，否则应再补做若干数据或重做。

每一元素的测定以 4~9 个精确称取试样作平行分析。

用标准试样验证时，结果偏差不得超过允许误差的绝对数值。

3. 分析所用试剂除注明特殊规格外，均不得低于分析纯。

4. 分析铅以及其他杂质元素时均应用电导水，其余为蒸馏水。

5. 标准所载之溶液除注明溶剂外，均为水溶液。

6. 标准中所列的百分浓度系指 100 毫升溶液中含有溶质的克数。例如：15% 氢氧化钠溶液是指 15 克氢氧化钠溶解后，用水稀释至 100 毫升。

7. 标准中所列溶液的浓度比例，例如：(1:2) 的溶液，系指盐酸（比重 1.18）、硫酸（比重 1.84）、硝酸（比重 1.40）或氨水（比重 0.90）1 份与水 2 份相混合。

8. 配制标准溶液所用各种纯金属其纯度均不低于 99.9%。

一、铜 量 的 测 定

1. 试剂

硝酸-硫酸混合溶液：取硫酸（比重 1.84）250 毫升徐徐倾入 570 毫升水中，再加入 175 毫升硝酸（比重 1.40），混匀。

无水乙醇。

2. 分析步骤

称取试样 2.0000 克，置于 250 毫升高型烧杯中，加入硝酸-硫酸混合溶液 30 毫升，盖上表面皿，加热使试样溶解，并彻底除去氮的氧化物，取下表面皿，以水稀释至 150 毫升，插入预先在 105°C 烘干并已称量的铂电极（网状）为阴极，

当电极浸入电解液中时应留有 3~5 毫米于液面，另一电极为阳极，盖上两个半圆形表面皿，在攪拌的情况下，以 3~4 安培电流进行电解，电解 40 分钟后，以洗瓶吹洗表面皿，加水使电极全部浸入溶液中，待 5 分钟后新浸入电极部分不再有銅析出，証明銅已电解完全。在不切断电流的情况下，取下电解液，迅速以三个盛满水的 200 毫升烧杯替换洗滌电极，然后，切断电流将阴极移入盛有乙醇的烧杯中漂洗一次，将电极移入烘箱中，在 105°C 左右烘 3~5 分钟，取出，置于干燥器中，冷却后称量电极的重量。

銅的百分含量按下式計算：

$$\text{Cu \%} = \frac{G_1 - G_2}{G} \times 100$$

式中：G₁——电解后电极之重量（克）；

G₂——电解前电极之重量（克）；

G——試样重量（克）。

允許誤差：±0.05%。

二、铁量的測定

1. 試剂

硝酸（1：1）溶液。

盐酸（1：1）溶液。

氨水（比重 0.90）。

5%氯化亚錫溶液：将 5 克氯化亚錫溶于 20 毫升盐酸（比重 1.18）中，加水至 100 毫升，投入金属錫粒 2~3 克。

2.5%氯化汞溶液。

氯化鋨。

磷酸-硫酸混合溶液：向 70 毫升水中注入硫酸（比重 1.84）、磷酸（比重 1.70）各 15 毫升。

0.02N 重鉻酸钾标准溶液：称取預先在 150~160°C 干燥后的重結晶的重鉻酸钾 0.9807 克，溶于少量水中，移入 1 升容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升相当于 0.001117 克鉄。

0.3% 二苯胺磺酸鈉溶液：每 100 毫升中加入 1~2 滴硫酸（比重 1.84）。

2. 分析步驟

称取試样 1.000 克，置于 300 毫升烧杯中，盖上表面皿，加硝酸（1：1）溶液 15 毫升溶解試样，煮沸除去氮的氧化物。加水至 200 毫升，加 3 克氯化鋨，用氨水（比重 0.90）中和至生成銅氨絡离子后再过量 5 毫升，加热溶液并煮沸

镍銅合金(NCu28-2.5-1.5) 化学分析方法

Y B 596-65

1~2分钟, 靜置后用定性滤紙过滤。沉淀用热的2%氨水洗滌5~6次(將銅离子洗淨)。

用20毫升热的盐酸(1:1)溶液溶解沉淀(若沉淀中含有二氧化錳时可向盐酸(1:1)溶液中加入2~3滴过氧化氢), 滤紙用热水洗滌3~4次。滤液及洗液收集于原沉淀的烧杯中。將烧杯置于电热板上蒸发至体积約为20毫升, 趁热滴加5%氯化亚錫溶液至黄色消失后再过量1滴, 迅速以流水冷却烧杯, 加2.5%氯化汞溶液5毫升, 靜置5分钟后, 加水120毫升、磷酸-硫酸混合溶液10毫升、0.3%二苯胺磺酸鈉指示剂5~6滴, 用0.02N重鉻酸鉀标准溶液滴定至驟然变为深紫色为終点。

铁的百分含量按下式計算,

$$\text{Fe}\% = \frac{V \times 0.001117}{G} \times 100$$

式中: V——滴定所消耗重鉻酸鉀标准溶液的体积(毫升);

0.001117——重鉻酸鉀标准溶液对铁的滴定度(克/毫升);

G——試样重量(克)。

允許誤差: $\pm 0.05\%$ 。

三、錳量的測定

1. 試剂

硝酸(1:1)溶液。

3%磷酸溶液。

1%硝酸銀溶液。

10%过硫酸銨溶液(当日配制)。

0.025N硫酸亚铁銨标准溶液: 称取9.8克硫酸亚铁銨溶解于500毫升5%硫酸中, 冷却后再以5%硫酸稀释到1升。

0.025N高錳酸鉀标准溶液: 称取高錳酸鉀0.8克, 置于500毫升热水中, 徐徐加热溶解完全, 冷却后以水稀释至1升。

标定方法: 称取純草酸鈉2份(此草酸鈉已于120°C烘干1小时), 每份0.07克, 于400毫升烧杯中, 加水200毫升、6N硫酸溶液30毫升, 加热至90°C左右, 用滴定管先加1滴高錳酸鉀溶液, 攪拌至淡紅色消失后, 再加1滴, 如淡紅色立即褪去可加快滴定速度(每分钟不宜超过15毫升)并不断攪拌, 直到出現不消失的微紅色为終点。

高錳酸鉀标准溶液当量浓度N按下式計算,

$$N = \frac{G}{V \times 0.067}$$

式中： G——草酸鈉的重量(克)。

V——滴定所消耗高錳酸鉀溶液的體積(毫升)；

0.067——草酸鈉的毫克當量。

2. 分析步驟

稱取試樣0.3000克，置於300毫升錐形瓶中，加入硝酸(1:1)溶液10毫升，加熱溶解並煮沸除去氮的氧化物，加入3%磷酸溶液100毫升，1%硝酸銀溶液5毫升，10%過硫酸銨溶液10毫升。將溶液煮沸5~7分鐘使過量的過硫酸銨完全破壞。趁熱用0.025N硫酸亞鐵銨標準溶液滴定至溶液呈現在未氧化前所特有的顏色即為終點。

為確定硫酸亞鐵銨溶液對錳的滴定度，將滴定完的溶液，任意取1~2個加熱至沸，用滴定管準確加入0.025N高錳酸鉀溶液20毫升，再以0.025N硫酸亞鐵銨標準溶液滴至溶液呈現未加高錳酸鉀前所特有的顏色即為終點。

硫酸亞鐵銨對錳的滴定度T(克/毫升)按下式計算：

$$T = \frac{V_1 \cdot G}{V_2}$$

式中： V₁——0.025N高錳酸鉀標準溶液的體積(毫升)；

G——1毫升0.025N高錳酸鉀標準溶液含錳的克數；

V₂——0.025N硫酸亞鐵銨標準溶液的體積(毫升)。

錳的百分含量按下式計算：

$$\text{Mn}\% = \frac{V \cdot T}{G} \times 100$$

式中： V——滴定試樣時所消耗硫酸亞鐵銨標準溶液的體積(毫升)；

T——0.025N硫酸亞鐵銨標準溶液對錳的滴定度(克/毫升)；

G——試樣重量(克)。

允許誤差：±0.05%。

四、鎂量的測定

1. 試劑

硝酸(1:1)溶液。

氨水(比重0.90)。

過硫酸銨。

鎳銅合金(NCu28-2.5-1.5) 化学分析方法

Y B 596—65

硝酸鉍。

40% 磷基水楊酸溶液。

25% 磷酸氫二鈉溶液。

鹽酸 (1:3) 溶液。

10% 鉬酸鉍溶液。

10% 氰化鉀溶液。

氫-氯化鉍緩沖溶液: 35克氯化鉍溶解于270毫升氫水中, 用水稀釋至1升。

0.2% 鉻黑 T 三乙醇胺乙醇 (1:1) 溶液。

20% 氫氧化鈉溶液。

鎂標準溶液: 稱取0.2000克金屬鎂 (99.99%) 于250毫升燒杯中, 加鹽酸 (1:3) 溶液10毫升溶解, 移入1升容量瓶中, 用水稀釋至刻度, 混勻。每毫升此溶液含0.0002克鎂。

0.005M 乙二胺四乙酸二鈉標準溶液: 稱取乙二胺四乙酸二鈉 1.36 克, 溶于300~400毫升水中, 移入1升容量瓶中用水稀釋至刻度。其準確濃度用鎂標準溶液標定。

標定方法: 取鎂標準溶液10毫升, 于250毫升燒杯中, 加水80毫升、氫-氯化鉍緩沖溶液5毫升、10% 氰化鉀溶液5毫升、鉻黑 T 數滴, 用0.05M 乙二胺四乙酸二鈉標準溶液滴至溶液由紅變純藍為終點。

2. 分析步驟

稱取試樣3.000克, 置于300毫升燒杯中, 加入硝酸 (1:1) 溶液30毫升, 加熱溶解, 煮沸除去氮化物, 加水50毫升, 用氫水 (比重0.90) 中和至氫氧化銅出現, 再加幾滴硝酸 (1:1) 溶液, 使沉淀溶解并過量1毫升, 加入過硫酸鉍5克, 加熱煮沸10分鐘, 冷卻至室溫, 加入硝酸鉍3克, 再用氫水中和至銅氨絡合物完全生成, 并過量5毫升, 加熱煮沸1分鐘, 在溫熱處放置5分鐘, 用定性濾紙過濾, 用熱的2% 氫水溶液洗滌沉淀3~5次, 濾液收集于300毫升燒杯中, 冷卻后加入40% 磷基水楊酸溶液5毫升、25% 磷酸氫二鈉溶液20毫升 (如發現有氫氧化銅出現, 用氫水中和至沉淀消失) 補加氫水 (比重0.90) 10毫升, 攪拌1分鐘, 靜置12小時以上。

將上述溶液用定量濾紙過濾, 用2% 氫水溶液洗滌燒杯和沉淀3~4次, 沉淀用熱鹽酸 (1:3) 溶液10毫升溶解于原燒杯中, 用熱水洗濾紙3~4次, 溶液中加入水50毫升、10% 鉬酸鉍溶液20毫升, 由鹼式滴定管中滴加20% 氫氧化鈉溶液至石蕊試紙變色, 加氫-氯化鉍緩沖溶液5毫升、10% 氰化鉀溶液5毫升, 攪拌使溶液清亮, 立即加入適量鉻黑 T, 用0.005M 乙二胺四乙酸二鈉標

准溶液，滴至溶液由紅变純藍为終点。与分析样品同时作一空白試驗，以校正分析結果。

鎂的百分含量按下式計算：

$$\text{Mg}\% = \frac{T \cdot (V - V_0)}{G} \times 100$$

式中： T——0.005M乙二胺四乙酸二鈉标准溶液相对鎂的滴 定度（克/毫升）；

V——滴定所消耗0.005M乙二胺四乙酸二鈉标准溶液的体积（毫升）；

V_0 ——空白試驗所消耗0.005M乙二胺四乙酸二鈉标准溶液的体积（毫升）；

G——試样重量（克）。

允許誤差：±0.01%。

五、鉛 量 的 測 定

1. 仪器

国产72型分光光度計。

2. 試剂

硝酸（1：1）溶液。

2.5%硝酸錳溶液。

硫酸（比重1.84）。

10%檸檬酸銨溶液。

20%盐酸羟胺溶液。

氨水（1：1）溶液。

10%氰化鉀溶液。

双硫脲溶液：称取0.05克双硫脲溶于100毫升四氯化碳溶液中。

0.005%双硫脲苯溶液：取上述双硫脲溶液10毫升，置于分液漏斗中，加100毫升水，加氨水（1：1）溶液3～5滴，振蕩分液漏斗，弃去有机层，滴加盐酸（1：1）溶液至双硫脲結晶析出。然后加入苯100毫升，振蕩使双硫脲进入苯层，弃去水层，苯层放入棕色瓶中，于低溫暗处保存。

氨-氰化鉀洗滌液：1升中含有氨水（比重0.90）10毫升，10%氰化鉀溶液20毫升。

3. 分析步驟

镍銅合金(NCu28-2.5-1.5) 化学分析方法

Y B 596—65

称取試样3.000克，置于300毫升烧杯中，加硝酸(1:1)溶液30毫升溶解，煮沸除去氮化物，洗滌表面皿和杯壁，用水稀释至80~90毫升，加2.5%硝酸錳溶液10毫升在不断攪拌下徐徐加入硫酸(比重1.84)10毫升，攪拌1~2分钟，靜置1小时。用紧密滤紙过滤。

沉淀用1%硫酸溶液洗滌2~3次，把滤紙摊开，将沉淀吹入原烧杯中，加水稀释至60毫升，加硝酸(1:1)溶液15毫升。加热煮沸，攪拌使沉淀溶解，冷却后，移入100毫升容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

用移液管吸取20毫升溶液，于125毫升分液漏斗中，加20%盐酸羟胺溶液5毫升、10%檸檬酸鉍溶液10毫升、0.1%酚紅指示剂1~2滴，用氨水(1:1)溶液中和至指示剂变紅色，再加过量10毫升，加10%氯化鉀溶液5毫升，然后准确加入0.005%双硫脲苯溶液10毫升，振蕩1分钟，分层后弃去水层，加入洗滌液25毫升，振蕩15秒，分层后弃去水层，苯层移入1厘米比色皿中，在波长520毫微米处测量吸光度。与分析样品同时作一份空白試驗，以校正分析結果。

标准曲綫的繪制：于100毫升容量瓶中，加入硝酸錳溶液10毫升、硝酸(1:1)溶液15毫升，用水稀释至刻度，混匀。取此溶液10毫升6份，于125毫升分液漏斗中，分別加入鉛标准溶液(1毫升含5微克鉛)0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0毫升，然后按分析步驟进行操作，将所得的吸光度与已知鉛量繪制成标准曲綫。

鉛的百分含量按下式計算：

$$\text{Pb}\% = \frac{K}{G} \times 100$$

式中：K——由試液吸光度从标准曲綫查得的相对应的鉛量(克)；

G——比色时所分取試样的重量(克)。

允許誤差：±0.0003%。

六、錳量的測定

1. 試剂

硝酸(1:1)溶液。

氨水(1:1)溶液。

10%硝酸錳溶液。

1%高錳酸鉀溶液。

盐酸(1:1)溶液。

3%过氧化氢溶液。

20%碘化鉀溶液。

1%氟化鈉溶液。

10%硫脲溶液。

鉍标准溶液：取金屬鉍(99.99%) 0.1000克，置于150毫升燒杯中，加硝酸(1:1)溶液10毫升溶解。煮沸除去氮化物，然後移入1升容量瓶中，加水稀釋至刻度，混勻。此溶液1毫升含有0.0001克鉍。

2. 分析步驟

稱取試樣10.0克，置于400毫升燒杯中，分次加硝酸(1:1)溶液80毫升(每次加入20毫升)，溶解。煮沸除去氮氧化物，冷卻，洗滌表面皿和杯壁，用氨水(1:1)溶液中和至氫氧化銅沉淀產生。再滴加硝酸(1:1)溶液使沉淀恰溶解，然後準確加入硝酸(1:1)溶液5毫升，用水稀釋至250毫升。加熱煮沸，小心地加入1%高錳酸鉀溶液15毫升。煮沸5~6分鐘，靜置15分鐘。過濾，用熱水洗滌沉淀2~3次，將沉淀吹入原燒杯中，沉淀用熱鹽酸(1:1)溶液20毫升和幾滴3%過氧化氫溶液溶解。用熱水洗滌濾紙3~4次，溶液加熱使沉淀溶解，以水稀釋至200毫升。加3%過氧化氫3~4滴，用氨水中和至沉淀產生，再加過量5毫升。溶液加熱煮沸1分鐘，靜置10分鐘，過濾，沉淀用熱的1%氨水溶液洗滌，將鎳離子洗淨。沉淀用熱鹽酸(1:1)溶液30毫升和幾滴過氧化氫溶液，濾紙用熱水洗滌3~4次，溶液加熱煮沸破壞過量的過氧化氫，冷卻，加入20%碘化鉀溶液10毫升、10%硫脲溶液10毫升，移入100毫升比色管中，加水至刻度，混勻。

另取1支与分析試樣相同的比色管，加入鹽酸(1:1)溶液30毫升、20%碘化鉀溶液10毫升、10%硫脲溶液10毫升、1%氟化鈉溶液3毫升，用水稀釋至98毫升，由微量滴定管滴加鉍标准溶液直至與試液顏色一致為止。

鉍的百分含量按下式計算：

$$Bi\% = \frac{V \times 0.0001}{G} \times 100$$

式中：V——比色時消耗鉍标准溶液的體積(毫升)；

G——試樣重量(克)。

允許誤差：±0.0003%。

七、鎳量的測定

1. 試劑

硝酸(1:1)溶液。

硫酸(1:3)溶液。

盐酸 (1:1) 溶液。

50% 尿素溶液。

10% 亚硝酸鈉溶液。

10% 氯化亚錫溶液：取氯化亚錫 10 克，溶解于 100 毫升盐酸 (1:1) 溶液中 (当日配制)。

甲苯。

0.2% 結晶紫溶液。

錫標準溶液甲：稱取金屬錫 (99.99%) 0.1000 克置于 200 毫升燒杯中，加入硫酸 (比重 1.84) 20 毫升，蓋上表面皿，加熱使其溶解，冷卻後移入預先盛有 300 毫升 10% 硫酸溶液的 1 升容量瓶中，再以 10% 硫酸溶液稀釋至刻度，混勻。1 毫升此溶液含 0.0001 克錫。

錫標準溶液乙：量取錫標準溶液甲 50 毫升置于 1 升容量瓶中，加 10% 硫酸溶液稀釋至刻度，混勻。1 毫升此溶液含 0.005 毫克錫。

2. 分析步驟

稱取試樣 0.5000 克置于 250 毫升燒杯中，加硫酸 (1:1) 溶液 10 毫升、硝酸 (1:1) 溶液 5 毫升，加熱溶解除去氮的氧化物，並蒸發至有三氧化硫白煙，冷卻，加盐酸 (1:1) 溶液 10 毫升，加熱至鹽類完全溶解。近沸時趁熱滴加 10% 氯化亚錫溶液 10 滴，將溶液移入 250 毫升分液漏斗中，以盐酸 (1:1) 溶液 10 毫升洗滌燒杯一次，向分液漏斗中加 10% 亚硝酸鈉溶液 2 毫升，搖動 3~4 分鐘，立即加入 50% 尿素溶液 0.5 毫升，搖動分液漏斗 5~10 次，使大量氣泡逸出，迅速加入 40 毫升水而不混勻，用移液管迅速加入 0.5 毫升結晶紫溶液，搖動分液漏斗 2~3 次，再立即加入甲苯 30 毫升，塞上塞子激烈振蕩 1 分鐘，靜置分層後將水層分出，再靜置幾分鐘使少量水滴分出，將甲苯溶液移入 50 毫升容量瓶中，以甲苯稀釋至刻度，混勻。如果溶液混濁加無水硫酸鈉 0.2 克。用 2 厘米比色皿，在波長 550 毫微米處測定吸光度。

標準曲線的繪制：于 5 個 100 毫升燒杯中，分別加入錫標準溶液乙 1.0, 3.0, 5.0, 7.0, 9.0 毫升，加硫酸 (1:3) 溶液 10 毫升，加熱蒸發至有三氧化硫白煙。以下操作按分析步驟進行，根據吸光度與已知錫量繪制出標準曲線。

錫的百分含量按下式計算：

$$\text{Sb}\% = \frac{K}{G} \times 100$$

式中：K——由試液吸光度在標準曲線上查得的對應錫量 (克)；

G——試樣重量 (克)。

允許誤差：±0.003%。

八、磷量和砷量的測定

1. 試剂

硝酸-盐酸混合溶液：向56毫升水中加入硝酸（比重1.40）32毫升，盐酸（比重1.18）12毫升，混勻。

1.8N硝酸溶液。

次溴酸鈉溶液：取飽和溴水100毫升置于100毫升水中，再加2%氫氧化鈉溶液100毫升，混勻。

10%鉬酸鉍溶液。

三氯甲烷-正丁醇混合溶液：3体积三氯甲烷与1体积正丁醇混合。

丁醇-乙酸乙酯混合溶液：按1：1混合。

1%氯化亞錫溶液。

正丁醇。

砷标准溶液甲：称取亞砷酸酐（分析純）0.1320克（預先在150°C烘干2小时），溶解于10%氫氧化鈉溶液10毫升中，溶解后加水至100毫升。用盐酸（1：1）溶液中和至酚酞紅色消失，移入1升容量瓶中，加水至刻度，混勻。此溶液1毫升含0.1毫克砷。

砷标准溶液乙：取砷标准溶液甲10毫升于100毫升容量瓶中，加水至刻度，混勻。1毫升此溶液含0.01毫克砷。

磷标准溶液甲：称取磷酸氫二鈉 $[\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ （分析純）1.1547克，溶解于200毫升水中，加硝酸（1：5）溶液100毫升，移入1升容量瓶中，加水至刻度，混勻（此溶液用容量法校正之）。1毫升此溶液含0.1毫克磷。

磷标准溶液乙：取磷标准溶液甲10毫升，移入100毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，混勻。1毫升此溶液含0.01毫克磷。

2. 分析步骤

称取試样0.5000克置于200毫升烧杯中，加入硝酸-盐酸混合溶液10毫升溶解。加入30%过氧化氢2~3滴，蒸发至近干。冷却后加入1.8N硝酸溶液25毫升，待盐类溶解后移溶液于125毫升分液漏斗中。加入次溴酸鈉溶液2毫升，靜置5分钟，加入10%鉬酸鉍溶液5毫升，5分钟后加入正丁醇5毫升，振蕩使其溶解于水中。加入三氯甲烷-正丁醇混合溶液10毫升，振蕩20秒钟，待分层后将有机层移入另一个125毫升分液漏斗中；再向水层加入三氯甲烷-正丁醇混合溶液10毫升，振蕩20秒钟，分层后分出有机层与前次的合并，水层保存以便萃取砷。

磷量的測定：向有机层中加入硫酸（1：17）溶液10毫升，振蕩10秒钟，分层后将有机层移入25毫升容量瓶中，用正丁醇稀释至刻度，加5%氯化亚錫溶液2滴，混勻。用1厘米比色皿，在波长680毫微米处測定吸光度。

与分析試样的同时做一空白試驗，以校正分析結果。

标准曲綫的繪制：取不含磷的純銅0.5000克8份，分別加入磷标准溶液乙0，1.0，2.0，3.0，4.0，5.0，6.0，7.0毫升，然后按分析步驟进行操作，将所得的吸光度与已知磷量繪制出标准曲綫。

磷的百分含量按下式計算：

$$P\% = \frac{K}{G} \times 100$$

式中：K——由試液吸光度在标准曲綫上查得的对应磷量（克）；

G——試样重量（克）。

允許誤差：±0.0005%。

砷量的測定：向萃取磷后所保存的水层溶液中，加入正丁醇-乙酸乙酯混合溶液25毫升，激烈振蕩1分钟，靜置分层后弃掉水层，向分液漏斗中加入1.8N硝酸溶液25毫升，振蕩30秒钟，分层后弃掉水层，向分液漏斗中加入1%氯化亚錫溶液10毫升，振蕩30秒钟，分层后弃掉水层，移有机层于25毫升容量瓶中，以正丁醇稀释至刻度，混勻。用1厘米比色皿，在波长680毫微米处測定吸光度。

与分析試样的同时做一空白試驗，以校正分析結果。

标准曲綫的繪制：取6个125毫升分液漏斗，分別加入砷标准溶液乙0，1.0，2.0，3.0，4.0，5.0毫升，加入1.8N硝酸溶液25毫升，次溴酸鈉溶液2毫升，靜置5分钟，加入10%鉬酸鉍溶液5毫升，5分钟后加入正丁醇5毫升，振蕩使其溶解于水中，加入正丁醇-乙酸乙酯混合溶液25毫升。以下操作按砷的分析步驟进行，根据所得的吸光度与已知的砷量繪制出标准曲綫。

砷的百分含量按下式計算：

$$As\% = \frac{K}{G} \times 100$$

式中：K——由試液吸光度在标准曲綫上查得的对应砷量（克）；

G——試样重量（克）。

允許誤差：±0.001%。

九、硅量的測定

1. 試剂

硝酸(1:1)溶液。

8 N 硫酸溶液。

10% 尿素溶液。

5% 鉬酸鉍溶液。

15% 硫脲溶液。

10% 酒石酸溶液。

硅标准溶液甲：称取二氧化硅(光谱纯)0.2141克(预先在150°C烘干1小时)，于铂坩埚中加无水碳酸钠4克，混匀。盖上铂坩埚盖，在900°C熔融，冷却后用热水浸出，加热使溶液透明。冷却后移入1升容量瓶中，加水至刻度，混匀。再移入塑料瓶中贮存。1毫升此溶液含0.1毫克硅。

硅标准溶液乙：取硅标准溶液甲10毫升于100毫升容量瓶中，加水至刻度，混匀。1毫升此溶液含0.01毫克硅。

镍-铜混合溶液：称取纯镍1.36克，纯铜0.56克置于200毫升烧杯中，加硝酸(1:1)溶液15毫升溶解，煮沸除去氟化物，蒸发至糖浆状，加入50毫升水，移入100毫升容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

2. 分析步骤

称取试样0.2000克置于150毫升烧杯中，加硝酸(1:1)溶液4毫升，微热使其溶解，加入水20毫升，在搅拌下加入10%尿素10毫升，以水洗滌表面皿和杯壁，加入5%鉬酸鉍溶液10毫升，静置10分钟后加8 N 硫酸溶液20毫升、10%酒石酸溶液10毫升、15%硫脲溶液20毫升，加水至刻度，混匀。用2厘米比色皿，在波长660毫微米处测定吸光度。

与分析试样的同时取镍-铜混合溶液10毫升，加水20毫升、10%尿素溶液10毫升，以下按上述分析步骤进行，此溶液作为比色时的零点。

标准曲线的绘制：取六个100毫升容量瓶，分别加入镍-铜混合溶液10毫升，依次加入硅标准溶液乙0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0毫升，加5%鉬酸鉍溶液10毫升，然后按分析步骤进行，所得的吸光度与已知硅量绘制出标准曲线。

硅的百分含量按下式计算：

$$\text{Si}\% = \frac{K}{G} \times 100$$

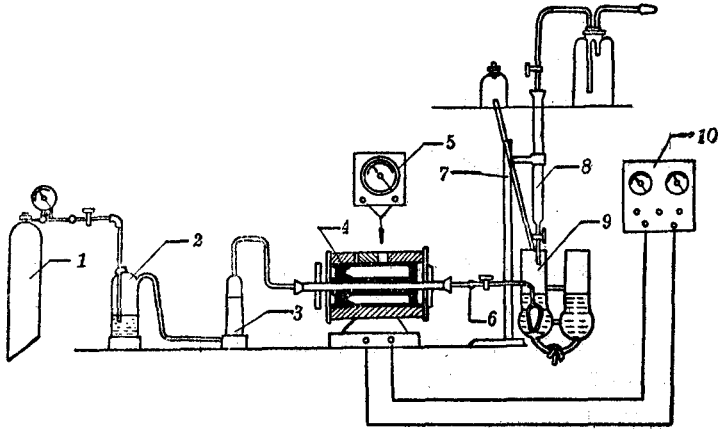
式中：K——由试液吸光度在标准曲线上查得的对应硅量(克)；

G——试样重量(克)。

允许误差：±0.005%。

十、硫量的测定

1. 仪器装置 (见图)



- | | |
|-----------------------------------|-----------------|
| 1—氧气瓶 (附有减压阀)； | 4—管状电炉； |
| 2—洗气瓶：内盛有 4% 高锰酸钾溶液 (10% 氢氧化钾溶液)； | 5—高温计； |
| 3—洗气瓶：内盛干燥氯化钙； | 6—球形管：内装有干燥玻璃棉； |
| 7—铁架子； | 8—25 毫升滴定管； |
| 9—吸收器； | 10—电流表及电压表。 |

分析前先检查设备，首先将仪器按图顺序连接好，接通电源，使炉温达到 $1100\sim 1200^{\circ}\text{C}$ 慢慢地打开氧气瓶放出氧气，其速度每分钟应有 $20\sim 30$ 个气泡上升，然后在燃烧炉出口处，先将气流截断，经 $2\sim 3$ 分钟，在净化瓶内应停止逸出气泡，则此装置可认为不漏气。

2. 试剂

0.001N 碘标准溶液：称取 0.127 克纯碘，溶解于 50 毫升 5% 碘化钾溶液中，然后移入 1 升容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。贮存于暗色玻璃瓶中。

0.5% 淀粉溶液 (新配制)。

3. 分析步骤

称取 2.000 克试样，置于瓷舟中加入 1 克纯铜屑。将装置好不漏气的仪器接通电流，调节变压器，使温度稳定在 $1100\sim 1200^{\circ}\text{C}$ ，然后向吸收杯中加入 0.5% 淀粉溶液 5 毫升，通入氧气 (每分钟 $2\sim 4$ 个气泡) 同时从滴定管中滴加碘标准溶液至呈现浅的天蓝色，继续通气，如果颜色消退应继续滴加碘标准溶液至蓝色，在 4 分钟内不消退，停止通气，将此溶液的 1 半移入颜色比较杯中。

从氧气瓶所在的那面取下炉管上的塞子，用长的不锈钢钩把盛有试样的瓷

舟推进瓷管到炉的中心（加热效能最高的区域）用塞子迅速塞住瓷管，使试样燃烧半分钟，再通入氧气（每分钟30~50个气泡）当由电炉进入吸收瓶的气体开始使吸收瓶底部的溶液褪色时，应立即添加碘标准溶液，使整个燃烧过程中溶液蓝色不致消失。

当吸收杯中溶液颜色深度与比较杯相等时应立即停止添加碘标准溶液，继续通气1分钟，如溶液不褪色，则燃烧已经完全，在每次测定试样的同时，应依照上面同样方法做空白试验以校正分析结果。

硫的百分含量按下式计算：

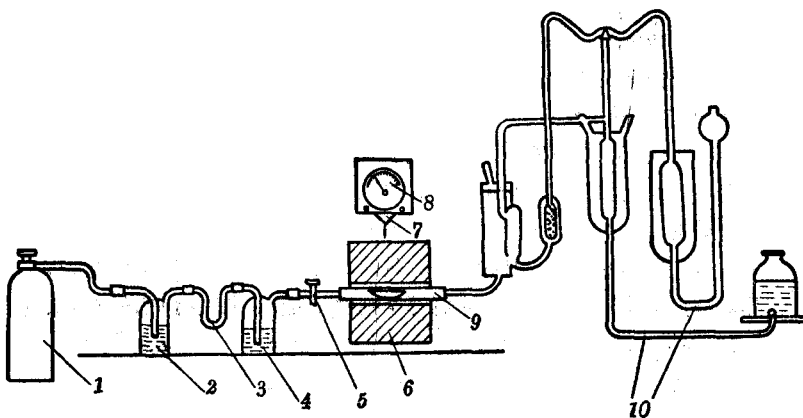
$$S \% = \frac{(V - V_1) \cdot T}{G} \times 100$$

式中： V——滴定试样所消耗碘标准溶液的体积（毫升）；
 V₁——滴定空白溶液所消耗碘标准溶液的体积（毫升）；
 T——碘标准溶液对硫的滴定度（克/毫升）；
 G——试样重量（克）。

允许误差：±0.003%。

十一、碳量的测定

1. 仪器装置（见图）



- | | |
|------------------|----------------------|
| 1—氧气瓶（装有减压阀）； | 2—净化装置：盛有30%氢氧化钠溶液； |
| 3—盛有碱石灰和氯化钙的U型管； | 4—净化装置：装有硫酸（比重1.84）； |
| 5—三通活塞； | 6—管状电炉； |
| 7—铂铑热电偶； | 8—高温计； |
| 9—瓷管； | 10—气体分析仪。 |

2. 分析步骤

称取細屑試样2.000克，置于預先燃烧过的瓷舟中，上面盖1克純銅屑，炉温升至1200°C，用小鈎将盛試样的瓷舟送到炉中央，立即塞紧管端的塞子，預热1分钟，然后通入氧气，（气流速度每秒钟2~3个气泡），燃烧生成的二氧化碳及过量的氧收集于气体容量器的量管中，此后关闭活塞，使量管中气体移入吸收器中，反复吸收两次，最后使剩余气体回到量气管中，根据量气管上碳含量刻度来计算碳的含量。

允許誤差：±0.02%。

中华人民共和国冶金工业部
部 标 准
镍铜合金 (NCu28-2.5-1.5)
化 学 分 析 方 法
Y B 596—65

*

技术标准出版社出版 (北京安定門外小黄庄)

(北京市书刊出版业营业许可证出字第114号)

天津市第一印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店經售

*

开本787×1092 1/25 印张18/25 字数16,000

1966年6月第一版 1966年6月第一次印刷

印数 0,001—6,000 定价 (科八) 0.11元

*

统一书号: 15169·2-886