

# 中华人民共和国国家标准

UDC 669.245-492.2  
:543.062

## 镍基合金粉化学分析方法 硫代硫酸钠-碘量法测定铜量

GB 8638.9—88

Nickel base alloy powder—Determination of copper content  
—Thiosulfate-iodimetric method

本标准适用于镍基合金粉末中铜量的测定。测定范围:1.00%~5.00%。

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

试样经酸溶解,在硫酸介质中铜与硫代硫酸钠生成硫化亚铜沉淀,与铁、铬、锰等干扰元素分离,将沉淀灼烧成氧化铜,用焦硫酸钾熔融,在乙酸介质中加入碘化钾,游离出的碘,以淀粉为指示剂,用硫代硫酸钠标准溶液滴定铜量。

### 2 试剂

2.1 焦硫酸钾。

2.2 碘化钾。

2.3 氟化铵。

2.4 盐酸( $\rho$  1.19 g/mL)。

2.5 硝酸( $\rho$  1.42 g/mL)。

2.6 硫酸( $\rho$  1.84 g/mL)。

2.7 磷酸( $\rho$  1.69 g/mL)。

2.8 冰乙酸( $\rho$  1.05 g/mL)。

2.9 硫酸(1+1)。

2.10 硫代硫酸钠溶液(50%)。

2.11 氢氧化铵(1+1)。

2.12 硫氰酸铵溶液(20%)。

2.13 淀粉溶液(1%):称取1g可溶性淀粉与蒸馏水调成糊状,倾入80mL沸水中,煮沸至淀粉全部溶解。冷却后稀释至100mL,混匀。用时现配。

2.14 铜标准溶液:称取1.0000g纯铜,加20mL水、10mL硝酸(2.5),加热溶解,加10mL硫酸(2.6),蒸发冒硫酸烟1min,冷却。用水溶解盐类,移入1000mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1mL含1mg铜。

2.15 硫代硫酸钠标准溶液[ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0.01 \text{ mol/L}$ ]。

2.15.1 配制:称取2.48g硫代硫酸钠( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )溶于煮沸后冷却的蒸馏水中,加0.2g无水碳酸钠,溶解完全后用煮沸并经冷却的蒸馏水稀释至1000mL,混匀。贮存于棕色瓶中,放置8~14天后标定使用。

2.15.2 标定:移取20.00mL铜标准溶液(2.14)三份,分别置于300mL锥形瓶中,加30mL水,滴

加氢氧化铵(2.11)至溶液呈现蓝色,再滴加冰乙酸(2.8)使蓝色消失并过量 2 mL,加 3 g 碘化钾(2.2),混匀,暗处放置 2 min,用硫代硫酸钠标准溶液(2.15.1)滴定至溶液呈淡黄色,加 5 mL 淀粉溶液(2.13)、10 mL 硫氰酸铵溶液(2.12),继续用硫代硫酸钠标准溶液(2.15.1)滴定至溶液呈乳白色。

按式(1)计算硫代硫酸钠标准溶液对铜的滴定度:

$$T = \frac{c \cdot V_1}{V_0} \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $T$  —— 硫代硫酸钠标准溶液对铜的滴定度, g/mL;

$c$  —— 铜标准溶液的浓度, g/mL;

$V_0$  —— 滴定所消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL;

$V_1$  —— 移取铜标准溶液的体积, mL。

### 3 分析步骤

#### 3.1 测定次数

平行测定两次,取其平均值。

#### 3.2 试样量

按表 1 称取试样:

表 1

含铜量, %	称样量, g
1.00~3.00	1.000 0
3.00~5.00	0.500 0

#### 3.3 空白试验

随同试样做空白试验。

#### 3.4 测定

3.4.1 将试样(3.2)置于 500 mL 烧杯中,加入 15 mL 盐酸(2.4)、2 mL 硝酸(2.5)低温加热溶解〔难溶试样可加 0.5 g 氟化铵(2.3)助溶〕,待试样全部溶解后加 20 mL 磷酸(2.7),20 mL 硫酸(2.9),继续加热蒸发至冒硫酸烟。冷却,加 250~300 mL 水,溶解盐类,在不断搅拌下加 60~80 mL 硫代硫酸钠溶液(2.10),煮沸约 10 min,使沉淀凝聚,溶液清晰。

3.4.2 以中速滤纸过滤,用热水将沉淀全部转入滤纸上,用水洗涤沉淀及滤纸 5~7 次,将滤纸连同沉淀置于瓷坩埚中,灰化,在 500~550℃ 灼烧 10 min,冷却,加 4~5 g 焦硫酸钾(2.1),加热熔融,冷却。将坩埚放入 300 mL 烧杯中,加 20 mL 热水,滴加几滴硫酸(2.6),加热浸出熔块,待熔块溶解,用水洗出坩埚,冷却。

3.4.3 加 0.5 g 氟化铵(2.3),滴加氢氧化铵(2.11)至溶液呈现蓝色,加 3 mL 冰乙酸(2.8)、3 g 碘化钾(2.2)在暗处放置 2 min,立即用硫代硫酸钠标准溶液(2.15)滴定至溶液呈淡黄色,加 5 mL 淀粉溶液(2.13)、10 mL 硫氰酸铵溶液(2.12),继续用硫代硫酸钠标准溶液(2.15)滴定至溶液由蓝色转为乳白色为终点。

### 4 分析结果的计算

按式(2)计算铜的百分含量:

$$\text{Cu}(\%) = \frac{T \cdot (V_1 - V_2)}{m} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:  $T$  —— 硫代硫酸钠标准溶液对铜的滴定度, g/mL;

$V_2$  —— 滴定空白溶液所消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL;

$V_1$  —— 滴定试液所消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL;

$m$  —— 称样量, 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

%

铜 含 量	允 许 差
1.00~3.00	0.05
>3.00~5.00	0.08

### 附加说明:

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院起草。

本标准主要起草人王志春。