

ICS 77.120.40
H 71

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 539.9—2009
代替 YS/T 539.9—2006

YS/T 539.9—2009

镍基合金粉化学分析方法 第 9 部分：铜量的测定 硫代硫酸钠碘量法

Methods for chemical analysis of nickel base alloy powder—
Part 9: Determination of copper content—
Thiosulfate iodimetry

中华人民共和国有色金属
行业标准
镍基合金粉化学分析方法
第 9 部分：铜量的测定
硫代硫酸钠碘量法
YS/T 539.9—2009

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2010 年 3 月第一版 2010 年 3 月第一次印刷

书号：155066·2-20568 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话：(010)68533533



YS/T 539.9—2009

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

氰酸铵溶液(3.12),继续用硫代硫酸钠标准滴定溶液(3.15)滴定至溶液呈乳白色。

按式(1)计算硫代硫酸钠标准滴定溶液对铜的滴定度:

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

式中:

T——硫代硫酸钠标准滴定溶液对铜的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

ρ ——铜标准溶液的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_0 ——滴定所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——移取铜标准溶液(3.14)的体积,单位为毫升(mL)。

4 分析步骤

4.1 试料

按表1称取试样,精确至0.0001g。

表1

铜的质量分数/%	试料质量/g
1.00~3.00	1.00
>3.00~5.00	0.50

4.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

4.3 空白试验

随同试料做空白试验。

4.4 测定

4.4.1 将试料(4.1)置于500 mL烧杯中,加入15 mL盐酸(3.4)、2 mL硝酸(3.5)低温加热溶解[难溶试样可加0.5 g氟化铵助溶],待试样全部溶解后加20 mL磷酸(3.7),20 mL硫酸(3.9),继续加热蒸发至冒硫酸烟。冷却,加250 mL~300 mL水,溶解盐类,在不断搅拌下加60 mL~80 mL硫代硫酸钠溶液(3.10),煮沸约10 min,使沉淀凝聚。

4.4.2 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 g~5 g焦硫酸钾(3.1),在700℃~750℃加热熔融5 min~10 min,冷却。将坩埚放入300 mL烧杯中,加20 mL热水,滴加几滴硫酸(3.9),加热浸出熔块,待熔块溶解,用水洗出坩埚,冷却。

4.4.3 加0.5 g氟化铵(3.3),滴加氨水(3.11)至溶液呈现蓝色,加3 mL冰乙酸(3.8)、3 g碘化钾(3.2)在暗处放置2 min,立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液(3.15)滴定至溶液呈淡黄色。加5 mL淀粉溶液(3.13)、10 mL硫氰酸铵溶液(3.12),继续用硫代硫酸钠标准滴定溶液(3.15)滴定至溶液由蓝色转为乳白色为终点。

5 分析结果的计算

铜含量以铜的质量分数 w_{Cu} 计,数值以%表示,按公式(2)计算:

$$w_{Cu} = \frac{T \cdot (V_3 - V_2) \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

T——硫代硫酸钠标准滴定溶液对铜的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_2 ——滴定空白溶液所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

前 言

YS/T 539《镍基合金粉化学分析方法》共分为13个部分:

- 第1部分:硼量的测定 酸碱滴定法;
- 第2部分:铝量的测定 铬天青S分光光度法;
- 第3部分:硅量的测定 高氯酸脱水称量法;
- 第4部分:铬量的测定 过硫酸铵氧化滴定法;
- 第5部分:锰量的测定 高碘酸钠(钾)氧化分光光度法;
- 第6部分:铁量的测定 三氯化钛-重铬酸钾滴定法;
- 第7部分:钴量的测定 亚硝基R盐分光光度法;
- 第8部分:铜量的测定 新亚铜灵-三氯甲烷萃取分光光度法;
- 第9部分:铜量的测定 硫代硫酸钠碘量法;
- 第10部分:钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法;
- 第11部分:钨量的测定 辛可宁称量法;
- 第12部分:磷量的测定 正丁醇-三氯甲烷萃取分光光度法;
- 第13部分:氧量的测定 脉冲加热情气熔融-红外线吸收法。

本部分是YS/T 539的第9部分。

本部分代替YS/T 539.9—2006《镍基合金粉化学分析方法 硫代硫酸钠-碘量法测定铜量》。

本部分与YS/T 539.9—2006相比较主要变化如下:

- 增加了前言;
- 补充了重复性限。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位:北京有色金属研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分起草单位:北京有色金属研究总院、钢铁研究总院。

本部分主要起草人:张卓、李满芝、王志春。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 8638.9—1988;
- YS/T 539.9—2006。