

ICS 77.120.40
H 13

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 252.4—2007
代替 YS/T 252.4—1994

YS/T 252.4—2007

高镍钨化学分析方法 铜量的测定 硫代硫酸钠滴定法

Methods for chemical analysis of nickel matte—
Determination of copper content—
Sodium thiosulphate titrimetric method

中华人民共和国有色金属
行业标准
高镍钨化学分析方法
铜量的测定 硫代硫酸钠滴定法
YS/T 252.4—2007

*
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
2007年7月第一版 2007年7月第一次印刷

*
书号:155066·2-17890 定价 10.00 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 252.4—2007

2007-04-13 发布

2007-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

取四次结果的平均值。四次标定消耗标准滴定溶液体积的极差不大于 0.10 mL, 否则重新标定。

注: 硫代硫酸钠标准滴定溶液每隔一周必须重新标定一次。

4 分析步骤

4.1 试料

称取 0.400 g 试样, 精确至 0.000 1 g。

4.2 空白实验

随同试料做空白实验。

4.3 测定

4.3.1 将试料(4.1)置于 300 mL 三角烧杯中, 加入少量水润湿。加入 10 mL 盐酸(3.4), 低温溶解并蒸发至体积约 2 mL, 冷却。加入 20 mL 硝酸-氯酸钾饱和溶液(3.10), 加热使试样完全溶解并蒸发至体积为 2 mL~3 mL, 冷却。用约 20 mL 水吹洗表面皿和杯壁, 加热煮沸溶解盐类, 取下, 冷却至室温, 移入 200 mL 容量瓶中, 以水定容。

4.3.2 按表 1 分取试液(4.3.1), 置于 300 mL 锥形烧杯中。加入 1 mL 硫酸(3.7)、2 mL 尿素饱和溶液(3.8), 煮沸 1 min, 冷却。滴加氨水(3.3)至铁沉淀出现并过量两滴。

表 1 试液的分取体积

铜的质量分数/%	分取试液体积/mL
6~20	50.00
>20~55	20.00

4.3.3 加入 1 g~2 g 氟化氢铵(3.1), 加水至溶液体积约为 50 mL。加入 2 g 碘化钾(3.2), 用硫代硫酸钠标准滴定溶液(3.13)滴定至淡黄色时, 加入 5 mL 淀粉溶液(3.11), 继续滴定至浅蓝色, 加入 10 mL 硫氰酸钾溶液(3.9), 滴定至蓝色消失为终点。

5 分析结果的计算

按式(2)计算铜的质量分数 w_{Cu} , 数值以%表示:

$$w_{Cu}(\%) = \frac{F_{Cu} \cdot (V_3 - V_5) \cdot 10^{-3}}{m_0 \cdot V_4 / V_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

F_{Cu} ——滴定系数, 单位体积的硫代硫酸钠标准滴定溶液相当于铜的质量, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_3 ——滴定试料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);

V_0 ——试液总体积, 单位为毫升(mL);

V_4 ——测定时分取试液的体积, 单位为毫升(mL);

V_5 ——试料空白试验所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量, 单位为克(g)。

所得结果表示至小数点后两位。

6 精密度

6.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值, 在以下给出的平均值范围内, 这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r), 超过重复性限(r)的情况不超过 5%, 重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法求得:

前 言

YS/T 252《高镍钨化学分析方法》共为五个部分:

YS/T 252.1 高镍钨化学分析方法 镍量的测定 丁二酮肟重量法

YS/T 252.2 高镍钨化学分析方法 铁量的测定 磺基水杨酸光度法

YS/T 252.3 高镍钨化学分析方法 钴量的测定 火焰原子吸收光谱法

YS/T 252.4 高镍钨化学分析方法 铜量的测定 硫代硫酸钠滴定法

YS/T 252.5 高镍钨化学分析方法 硫量的测定 燃烧-中和滴定法

本部分为第 4 部分。

本部分代替 YS/T 252.4—1994《硫代硫酸钠滴定法测定铜量》。与 YS/T 252.4—1994 相比, 本部分主要有如下变化:

——测定范围由 6.00%~30.00% 调整为 6%~55%;

——试料量由 0.200 g 调整为 0.400 g;

——硫代硫酸钠标准溶液浓度由 0.02 mol/L 调整为 0.01 mol/L;

——增加了重复性限, 补充了质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由金川集团有限公司负责起草。

本部分由广州有色金属研究院、北京矿冶研究总院参加起草。

本部分主要起草人: 刘海东、喻生洁、汪忠、林秀英、赵军锋、朱玉强。

本部分主要验证人: 戴凤英、张永进、麦丽碧、汤淑芳、于力。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分的历次发布的标准版本:

——GB 5194.4—1985;

——YS/T 252.4—1994。