

JB/T 8063.2—2011

ICS 77.160
H 72
备案号: 34861—2012

JB

中华人民共和国机械行业标准

JB/T 8063.2—2011
代替 JB/T 8063.2—1996

粉末冶金材料与制品化学分析方法
第2部分: 铁基材料与制品中铜的测定
(氟化氢铵掩蔽-碘量法)

Methods for chemical analysis of powder metallurgy materials and products
—Part 2: The ammonium hydrogen fluoride masking, iodometry method for
the determination of copper in iron-based materials and products

中华人民共和国
机械行业标准
粉末冶金材料与制品化学分析方法
第2部分: 铁基材料与制品中铜的测定
(氟化氢铵掩蔽-碘量法)

JB/T 8063.2—2011

*

机械工业出版社出版发行
北京市百万庄大街22号
邮政编码: 100037

*

210mm×297mm·0.5印张·11千字

2012年5月第1版第1次印刷

定价: 12.00元

*

书号: 15111·10481

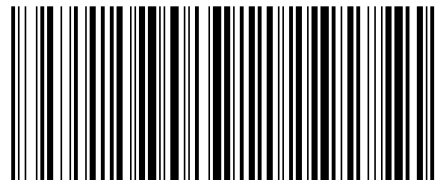
网址: <http://www.cmpbook.com>

编辑部电话: (010) 88379778

直销中心电话: (010) 88379693

封面无防伪标均为盗版

版权专有 侵权必究



JB/T 8063.2—2011

2011-12-20 发布

2012-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

式中:

T——硫代硫酸钠标准溶液对铜的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);

V——滴定所消耗硫代硫酸钠标准溶液体积的平均值,单位为毫升(mL);

0.001——铜标准溶液的质量浓度,单位为克每毫升(g/mL);

20.00——移取铜标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

4 分析步骤

4.1 试样量

按表 1 称取试样。

表 1

铜含量 %	1~5	>5
称样量 g	0.5	0.25

4.2 测定

4.2.1 溶样

将试样(见 4.1)置于 250 mL 锥形瓶中,加 15 mL 硝酸(见 3.1),加热溶解后,蒸发至近干,取下稍冷,用水吹洗瓶壁,摇动溶解盐类后,冷却至室温。

4.2.2 调节 pH 值

用氨水(见 3.4)中和至有沉淀生成,然后滴加冰乙酸(见 3.6)至沉淀溶解并过量 2 mL~3 mL,加入 20 mL 氟化氢铵(见 3.8),摇匀,冷却。

4.2.3 滴定

加 2 g 碘化钾,摇动使之溶解后,在暗处放置 2 min,用硫代硫酸钠标准溶液(见 3.10)滴至浅黄色,加 5 mL 淀粉溶液(见 3.7)和 5 mL 硫氰酸铵溶液(见 3.5),继续滴至蓝色消失为终点。

5 分析结果的计算

按公式(2)计算铜的质量分数 *w*(Cu):

$$w(\text{Cu}) = \frac{TV}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

T——硫代硫酸钠标准溶液对铜的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);

V——滴定试液所消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

m——称样量,单位为克(g)。

取两次测定结果的算术平均值,精确到 0.01%。

6 允差

铜量的允差见表 2。

表 2

铜含量 %	1~5	5~10	>10
允差 %	0.15	0.20	0.25

7 试验报告

试验报告内容包括:

目 次

前言.....II

1 范围.....1

2 方法提要.....1

3 试剂.....1

4 分析步骤.....2

 4.1 试样量.....2

 4.2 测定.....2

5 分析结果的计算.....2

6 允差.....2

7 试验报告.....2

前 言

JB/T 8063《粉末冶金材料与制品化学分析方法》共分为8个部分：

- 第1部分：铁基材料与制品中碳的测定（气体容量法）；
- 第2部分：铁基材料与制品中铜的测定（氟化氢铵掩蔽-碘量法）；
- 第3部分：铁基材料与制品中钼的测定（硫氰酸盐光度法）；
- 第4部分：铜基材料与制品中铜的测定（碘化钾-硫代硫酸钠滴定法）；
- 第5部分：铜基材料与制品中锡的测定（次磷酸钠还原-碘酸钾滴定法）；
- 第6部分：铜基材料与制品中铅的测定（电解分离-EDTA滴定法）；
- 第7部分：铜基材料与制品中锌的测定（硫酸铅钡共沉淀-EDTA滴定法）；
- 第8部分：铜基材料与制品中铁的测定（EDTA-H₂O₂光度法）。

本部分是JB/T 8063的第2部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分代替JB/T 8063.2—1996《粉末冶金材料与制品化学分析方法 铁基材料与制品中铜的测定（氟化氢铵掩蔽、碘量法）》，与JB/T 8063.2—1996相比主要技术变化如下：

——对不规范的术语、公式和符号进行了修改。

本部分由中国机械工业联合会提出。

本部分由机械工业粉末冶金制品标准化技术委员会（CMIF/TC20）归口。

本部分主要起草单位：北京市粉末冶金研究所有限责任公司。

本部分主要起草人：尹凤霞、余培良、贾桂珍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——JB/T 8063.2—1996。

粉末冶金材料与制品化学分析方法

第2部分：铁基材料与制品中铜的测定（氟化氢铵掩蔽-碘量法）

1 范围

JB/T 8063的本部分规定了测定范围为大于1%、用氟化氢铵掩蔽-碘量法测定粉末冶金铁基材料与制品中的铜含量的方法、试剂、分析步骤、分析结果的计算、允差以及试验报告。

本部分适用于粉末冶金铁基材料与制品中铜量的测定。

2 方法提要

在酸性溶液中，以氟化氢铵掩蔽三价铁，用碘化钾与二价铜反应生成碘，以淀粉为指示剂，用硫代硫酸钠标准溶液滴定析出的碘，从而间接求得铜量。

钼对铜的测定没有影响。

3 试剂

3.1 硝酸（1：3）。

3.2 硝酸（1：1）。

3.3 硫酸（1：1）。

3.4 氨水（1：1）。

3.5 硫氰酸铵溶液（20%）。

3.6 冰乙酸（1：1）。

3.7 淀粉指示剂（1%）：称取1 g可溶淀粉与蒸馏水调成糊状，倒入80 mL沸水中，各加1滴盐酸，煮沸至淀粉全部溶解，稀释至100 mL，混匀，现用现配。

3.8 氟化氢铵（25%）。

3.9 铜标准溶液：称取1.000 0 g纯铜（99.9%以上），加10 mL硝酸（1：1）溶解，加10 mL硫酸（1：1），蒸发至冒硫酸烟1 min，冷却，用水溶解盐类，移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1.00 mg铜。

3.10 硫代硫酸钠标准溶液（0.02 mol/L）。

3.10.1 配制：称取5 g结晶状硫代硫酸钠（Na₂S₂O₃·5H₂O）溶于经煮沸后冷却的蒸馏水中，加0.2 g无水碳酸钠，溶解完全后，用煮沸并已冷却的蒸馏水稀释至1 000 mL，摇匀，避光放置（8~14）天后，标定使用。

3.10.2 标定：移取20.00 mL铜标液（1.00 mg/mL）三份，分别置于250 mL锥形瓶中，各加少量水，滴加氢氧化铵（见3.4）至呈现铜氨络合物的蓝色后，滴加冰乙酸（见3.6）使蓝色消失并过量2 mL，加2 g碘化钾，摇匀，暗处放置1 min，用硫代硫酸钠标准溶液（见3.10）滴定至淡黄色，加5 mL淀粉溶液（见3.7），5 mL硫氰酸铵溶液（见3.5），继续用硫代硫酸钠标准溶液（见3.10）滴定至乳白色即为终点，三份铜标准溶液所消耗硫代硫酸钠标准溶液毫升数的极差值不超过0.05 mL，取其平均值。

按公式（1）计算硫代硫酸钠标准溶液对铜的滴定度：

$$T = \frac{20.00 \times 0.001}{V} \dots\dots\dots (1)$$