

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至小数点后第二位。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测试值,在以下给出的平均值范围内,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1采用线性内插法求得,质量分数大于39.98%的重复性限(r)采用线性外推法求得:

表1 重复性限

铜的质量分数/%	15.00	31.87	39.98
重复性限(r)/%	0.07	0.08	0.08
注:重复性限(r)为 $2.83S_r$, S_r 为重复性标准偏差。			

8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测试值,在以下给出的平均值范围内,两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过5%,再现性限(R)按表2数据采用线性内插法求得,质量分数大于39.98%的再现性限(R)采用线性外推法求得:

表2 再现性限

铜的质量分数/%	15.00	31.87	39.98
再现性限(R)/%	0.07	0.09	0.11
注:再现性限(R)为 $2.83S_R$, S_R 为再现性标准偏差。			

9 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 325.2—2009
代替 YS/T 325—1994

镍铜合金化学分析方法 第2部分:铜量的测定 电解重量法

Methods for chemical analysis of nickel-copper alloy—
Part 2: Determination of copper content—
Electrolysis weight method



YS/T 325.2—2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-20514

定价: 14.00 元

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

中华人民共和国有色金属
行业标准
镍铜合金化学分析方法
第2部分:铜量的测定 电解重量法
YS/T 325.2—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 10 千字
2010年4月第一版 2010年4月第一次印刷

*
书号:155066·2-20514 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

5 试样

厚度不大于1 mm的碎屑。

6 分析步骤

6.1 试料量

称取2.00 g试样(5)(m_0),精确至0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立地进行二次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料(6.1)做空白试验(可不进行电解)。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于250 mL聚四氟乙烯烧杯中,加入2 mL氢氟酸(3.2),30 mL硝酸(3.3),盖上表皿,待反应接近结束,在不超过80 °C温度下加热至试料完全溶解。加入25 mL过氧化氢(3.4),3 mL硝酸铅溶液(3.6),以氯化铵溶液(3.5)洗涤表皿和杯壁,并稀释体积至约150 mL。

6.4.2 将铂阳极和精确称量过的铂阴极(m_2)安装在电解器上,使网部浸没在溶液中,用剖开的聚四氟乙烯表皿(4.2)盖上烧杯。

6.4.3 在搅拌下用电流密度1.0 A/dm²进行电解。电解90 min,以水洗涤表皿、杯壁和电极杆,继续电解30 min。

6.4.4 不切断电流,慢慢地提升电极或降低烧杯,立即用二杯水依次淋洗电极,迅速取下铂阴极,并依次浸入二杯无水乙醇(3.1)中,立即放入110 °C的烘箱中,干燥3 min~5 min。取出置于干燥器中,冷却至室温后,称量(m_1)。

6.4.5 将电解析出后的溶液及第一杯洗涤电极的水合并移入500 mL容量瓶中(V_0),用水稀释至刻度,混匀。移取20.00 mL溶液(V_1)置于100 mL容量瓶中(V_2),用水稀释至刻度,混匀。

6.4.6 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长324.7 nm处,与测量系列标准溶液同时,以水调零测量试液的吸光度。减去试料空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铜浓度(ρ)。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取0.00 mL,2.00 mL,4.00 mL,6.00 mL,8.00 mL,10.00 mL铜标准溶液(3.8),置于一组100 mL容量瓶中,分别加入5 mL硝酸(3.3),用水稀释至刻度,混匀。

6.5.2 在与试料溶液测定相同的条件下,测量系列标准溶液的吸光度,减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度,以铜浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按公式(1)计算铜的质量分数 w_{Cu} ,数值以%表示:

$$w_{Cu} = \left[\frac{(m_1 - m_2)}{m_0} + \frac{\rho \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \right] \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——铂阴极与沉积铜的总质量,单位为克(g);

m_2 ——铂阴极的质量,单位为克(g);

ρ ——自工作曲线上查得的铜的质量浓度。单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V_0 ——电解后残留铜溶液稀释总体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——分取部分残留铜溶液后稀释体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取部分残留铜溶液的体积,单位为毫升(mL);

单位为毫米

单位为毫米

前 言

YS/T 325—2009《镍铜合金化学分析方法》共有 6 部分。

- 第 1 部分: 镍含量的测定 Na₂EDTA 滴定法
- 第 2 部分: 铜含量的测定 电解重量法
- 第 3 部分: 铁含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 4 部分: 锰含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 5 部分: 铝含量的测定 Na₂EDTA 滴定法
- 第 6 部分: 钛含量的测定 二安替吡啉甲烷分光光度法

本部分为 YS/T 325 的第 2 部分。

本部分代替 YS/T 325—1994《镍铜合金(NCu28-2.5-1.5)化学分析方法》中铜量的测定。

本部分与 YS/T 325—1994 相比,主要变动如下:

- 规定了方法的测定范围。
- 将溶解试样的硝酸-硫酸混合酸,改为硝酸-氢氟酸。
- 增加残铜量的测定,并入分析结果中。
- 补充了质量保证与控制条款,增加了精密度条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位:中铝沈阳有色金属加工有限公司。

本部分参加起草单位:广州有色金属研究院、高新张铜股份有限公司。

本部分主要起草人:孙爱平、李雅民、靳宽利、戴凤英、郭敏、张永进、许烨。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- YB 596—65、YS/T 325—1994。

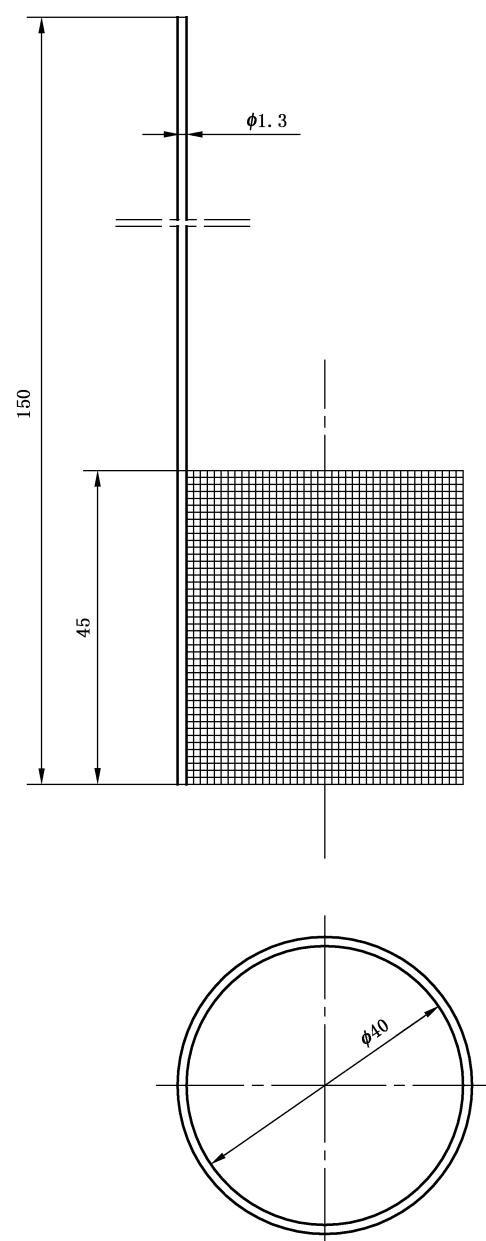


图 1 铂阴极

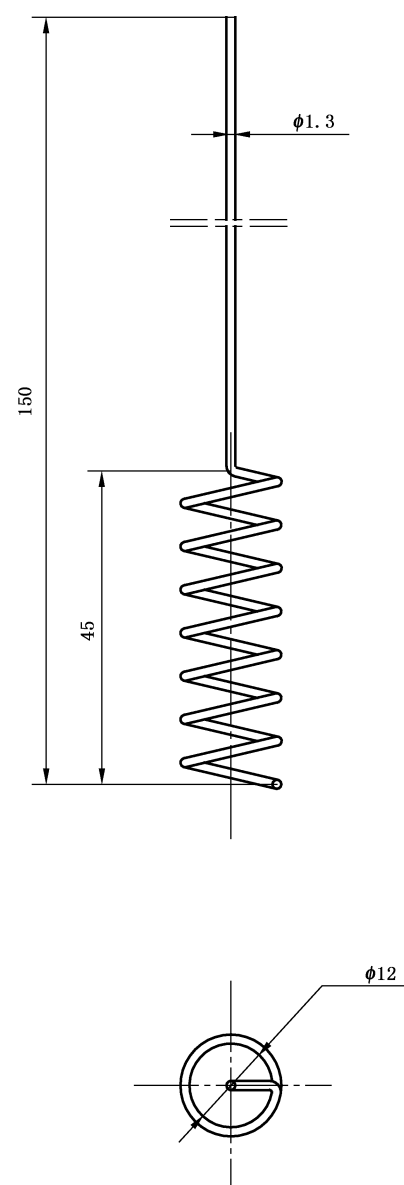


图 2 铂阳极

4.6 原子吸收光谱仪,附铜空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

- 灵敏度:在与测量溶液基体相一致的溶液中,铜的特征浓度应不大于 0.022 $\mu\text{g/mL}$ 。
- 精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差不得超过平均吸光度的 1.0%;用最低浓度的标准溶液(不是“零”标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高标准溶液平均吸光度的 0.5%。
- 工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段吸光度差值之比应不小于 0.7。