



YS/T539.9-2006

中华人民共和国国家标准

镍基合金粉化学分析方法

硫代硫酸钠-碘量法测定铜量

UDC 669.245-492.2
:543.062

GB 8638.9-88

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

调整为: YS/T 539.9-2006

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(ρ 1.19 g/mL)。
- 2.5 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 2.6 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。
- 2.7 磷酸(ρ 1.69 g/mL)。
- 2.8 冰乙酸(ρ 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1 g可溶性淀粉与蒸馏水调成糊状,倾入80 mL沸水中,煮沸至淀粉全部溶解。冷却后稀释至100 mL,混匀。用时现配。
- 2.14 铜标准溶液:称取1.000 0 g纯铜,加20 mL水、10 mL硝酸(2.5),加热溶解,加10 mL硫酸(2.6),蒸发冒硫酸烟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,混匀。此溶液1 mL含1 mg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2.48 g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0.2 g无水碳酸钠,溶解完全后用煮沸并经冷却的蒸馏水稀释至1 000 mL,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20.00 mL铜标准溶液(2.14)三份,分别置于300 mL锥形瓶中,加30 mL水,滴