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

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

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

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　脉冲加热惰气熔融-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。

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

1 范围

YS/T 539的本部分规定了镍基合金粉中铜含量的测定方法。

本部分适用于镍基合金粉中铜含量的测定,测定范围:1%～5%。

2 方法提要

试料经混酸溶解。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。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 焦硫酸钾。

3.2 碘化钾。

3.3 氟化铵。

3.4 盐酸(ρ1.19 g/mL)。

3.5 硝酸(ρ1.42 g/mL)。

3.6 硫酸(ρ1.84 g/mL)。

3.7 磷酸(ρ1.69 g/mL)。

3.8 冰乙酸(ρ1.05 g/mL)。

3.9 硫酸(1+1)。

3.10 硫代硫酸钠溶液(500 g/L)。

3.11 氨水(1+1)。

3.12 硫氰酸铵溶液(200 g/L)。

3.13 淀粉溶液(10 g/L):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。

3.14 铜标准溶液:称取1.000 0 g纯铜(w_{Cu}>99.99%),加20 mL水、10 mL硝酸(3.5),加热溶解,加10 mL硫酸(3.6),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。

3.15 硫代硫酸钠标准滴定溶液[$c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)$=0.01 mol/L]

3.15.1 配制:称取2.48 g硫代硫酸钠($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$)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 d～14 d后标定使用。

3.15.2 标定:移取20.00 mL铜标准溶液(3.14)三份,分别置于三个300 mL锥形瓶中,加30 mL水,滴加氨水(3.11)至溶液呈现蓝色,再滴加冰乙酸使蓝色消失并过量2 mL,加3 g碘化钾,混匀,暗处放置2 min,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