



中华人民共和国国家标准

GB 8638.9—88

镍基合金粉化学分析方法 硫代硫酸钠-碘量法测定铜量

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

1988-01-11 发布

1989-01-01 实施

国 家 标 准 局 发 布

镍基合金粉化学分析方法
硫代硫酸钠-碘量法测定铜量

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

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