

铜钨碳化钨真空触头材料化学分析方法 络合滴定法测定铜量

JB/T 7775.2—1995

1 主题内容与适用范围

本标准规定了铜钨碳化钨真空触头材料中铜量的测定方法。

本标准适用于铜钨碳化钨真空触头材料中铜量的测定。测定范围：15.00%~55.00%。

2 引用标准

JB 4107.1—85 电触头材料化学分析方法 总则及一般规定

3 方法提要

试料经硫酸—硫酸铵分解后，用酒石酸盐掩蔽钨，在六次甲基四胺缓冲溶液中，加入过量 EDTA 溶液，以二甲酚橙作指示剂，用铅标准溶液回滴，然后加入硫脲—抗坏血酸—邻菲罗啉联合解蔽剂，使与铜络合的 EDTA 释放出来，用铅标准溶液回滴，由滴定的体积计算铜量。

4 试剂

4.1 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

4.2 硫酸铵：固体。

4.3 硝酸(1+1)。

4.4 酒石酸钾钠溶液(100 g/L)。

4.5 氢氧化钠溶液(200 g/L)。

4.6 六次甲基四胺溶液(200 g/L)。

4.7 硫脲溶液(80 g/L)。

4.8 抗坏血酸溶液(100 g/L)，新鲜配制。

4.9 邻菲罗啉乙醇溶液(2 g/L)。

4.10 铜标准溶液：称取 2.0000 g 纯铜(99.95%)溶于 20 mL 硝酸(4.3)，除去氧化氮，移入 1000 mL 容量瓶，稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.0020 g 铜。

4.11 乙二胺四乙酸二钠(简称 EDTA)溶液：0.03 mol/L，称取 11.2 g EDTA 溶于水并稀释至 1 升，混匀。

4.12 铅标准溶液的配制与标定。

4.12.1 配制：0.02 mol/L，称取 7.69 g 醋酸铅($\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)溶于 100 mL 水中，加入 20 mL 冰乙酸，搅拌至溶液澄清，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.12.2 标定：准确移取铜量与试样相近的铜标准溶液(4.10)于 250 mL 锥形瓶中，加过量 EDTA 溶液(4.11)，以下按步骤 5.2.2~5.2.3 条进行。铅标准溶液相当铜的浓度按式(1)计算：

$$C = \frac{V_0 \times C_0}{V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中：C——铅标准溶液相当铜的浓度，g/mL；

V_0 ——称取铜标准溶液的体积, mL;

C_0 ——铜标准溶液的浓度, g/mL;

V_1 ——滴定铜标准溶液消耗的铅标准溶液体积, mL。

4.13 二甲酚橙指示剂(简称XO)(2 g/L)。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 0.1 试料, 准确至 0.0001 g。

5.2 测定

5.2.1 将试料置于 250 mL 锥形瓶中, 加 5 mL 硫酸(4.1), 2 g 硫酸铵(4.2), 加热溶解后, 冷却, 加约 50 mL 水, 加 5 mL 酒石酸钾钠溶液(4.4), 摇匀。

5.2.2 根据含铜量加入 EDTA 溶液(4.11)并过量 3~5 mL(1 mL EDTA 溶液约相当 1.9 mg 铜), 用氢氧化钠溶液(4.5)调节溶液呈蓝色(沉淀溶解, pH~4), 加 10 mL 六次甲基四胺溶液(4.6), 4~5 滴 XO 指示剂(4.13), 以铅标准溶液(4.12)滴定至蓝紫色为第一终点, 不记数。

5.2.3 加 20 mL 硫脲溶液(4.7), 5 mL 抗坏血酸溶液(4.8), 10 滴邻菲罗啉溶液(4.9), 再以铅标准溶液滴定至淡紫色不褪为终点, 记下滴定体积。

6 分析结果的计算

铜的百分含量按式(2)计算:

$$Cu(\%) = \frac{C \cdot V}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: C ——铅标准溶液相当铜的浓度, g/mL;

V ——第二次滴定消耗铅标准溶液的体积, mL;

m ——试料, g。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1

%

含 铜 量	允 许 差
15.00~30.00	0.20
>30.00~55.00	0.30

附加说明:

本标准由机械工业部桂林电器科学研究所提出和归口。

本标准由机械工业部上海电器科学研究所负责起草。

本标准由天水长城电工合金材料厂参加。

本标准主要起草人 黄留庆 宋占法 赵光映 张清义

www.bzxz.net

免费标准下载网