

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

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

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

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。

镍铜合金化学分析方法

第2部分:铜量的测定 电解重量法

1 范围

YS/T 325 的本部分规定了镍铜合金中铜含量的测定方法。

本部分适用于镍铜合金中铜含量的测定。测定范围:15.00%~50.00%。

2 方法原理

试料用硝酸和氢氟酸溶解后,以过氧化氢还原氮的氧化物,电解沉积铜。加入铅使阳极上铂的损失降低到最小,电解使铜在铂阴极上析出、烘干、称重。电解液中残留的铜量用原子吸收光谱法测定。

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 无水乙醇。

3.2 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL)。

3.3 硝酸(1+1)。

3.4 过氧化氢(1+9)。

3.5 氯化铵溶液(0.02 g/L)。

3.6 硝酸铅溶液(10 g/L)。

3.7 铜标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铜(铜的质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL 硝酸(3.3),盖上表皿,加热至完全溶解,煮沸除去氮的氧化物,以水洗涤表皿及杯壁,冷却。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。

3.8 铜标准溶液:移取 10.00 mL 铜标准贮存溶液(3.7),置于 500 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(3.3)用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20 μ g 铜。

4 仪器

4.1 250 mL 聚四氟乙烯烧杯。

4.2 对剖的聚四氟乙烯表皿。

4.3 备有自动搅拌装置和精密直流电流表,电压表的电解器。

4.4 铂阴极,用直径约 0.11 mm~0.12 mm 的铂丝,编织成每平方厘米 52 孔目的筛网,制成网状圆筒形。见图 1。

4.5 铂阳极:螺旋形。见图 2。

单位为毫米

单位为毫米

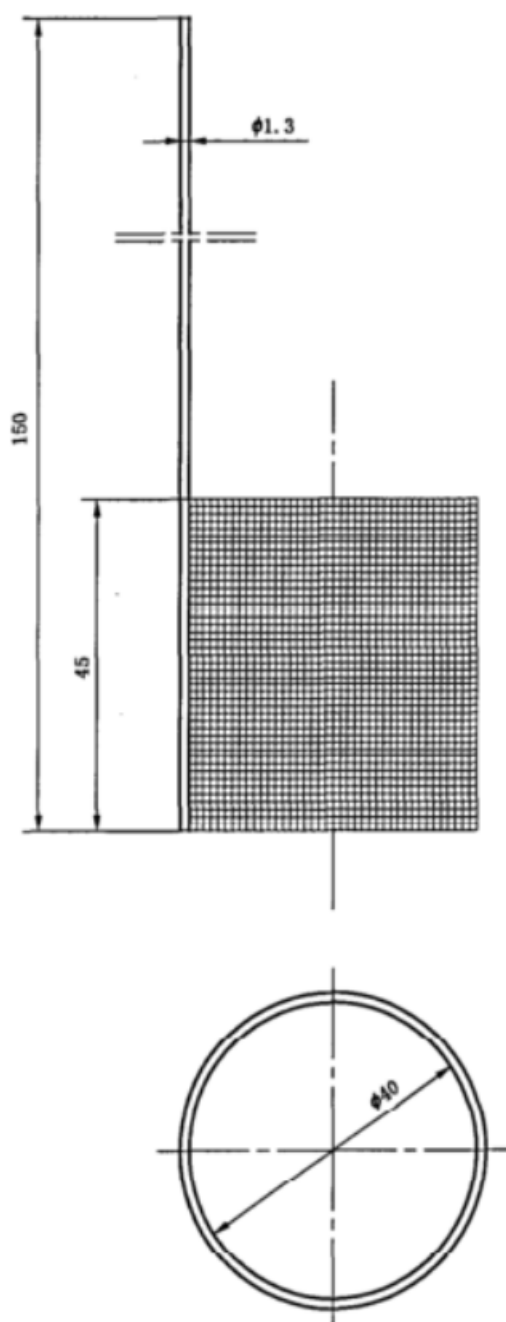


图 1 铂阴极

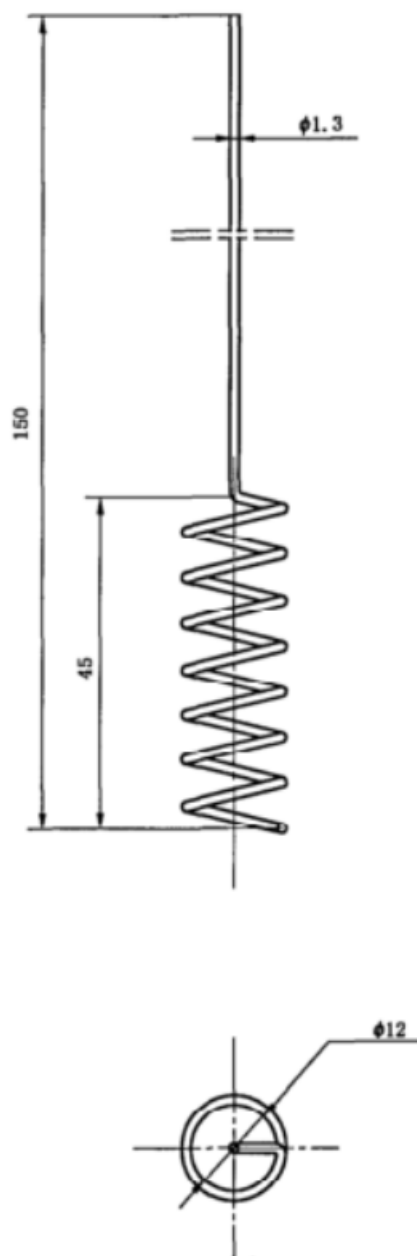


图 2 铂阳极

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。

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 ℃ 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 ℃ 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);

YS/T 325.2—2009

 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

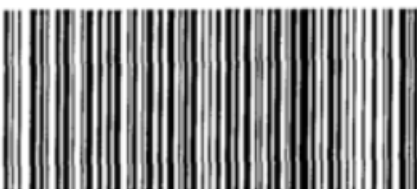
在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测试值,在以下给出的平均值范围内,两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过5%,再现性限(R)按表2数据采用线性内插法求得,质量分数大于39.98%的再现性限(R)采用线性外推法求得:

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。



YS/T 325.2—2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-20514