



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.18—94

钢铁及合金化学分析方法 硫代硫酸钠分离-碘量法测定铜量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The sodium thiosulfate separation iodimetric
method for the determination of copper content

1994-01-17 发布

1994-10-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 硫代硫酸钠分离-碘量法测定铜量

GB/T 223.18—94

代替 GB 223.18—82

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The sodium thiosulfate separation iodimetric
method for the determination of copper content.

1 主题内容与适用范围

本标准规定了硫代硫酸钠分离-碘量法测定铜量。

本标准适用于生铁、碳素钢、合金钢、高温合金和精密合金中铜量的测定。测定范围:0.10%~5.00%。

2 方法提要

试样用酸分解,在硫酸介质中铜与硫代硫酸钠生成硫化亚铜沉淀而与铁、铬、镍、锰等元素分离。将沉淀过滤并灼烧成氧化铜,用焦硫酸钾熔融。在乙酸介质中用碘化钾还原铜析出碘,以淀粉为指示剂,以硫代硫酸钠标准溶液滴定。

3 试剂

3.1 焦硫酸钾。

3.2 氟化铵。

3.3 碘化钾。

3.4 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.5 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.6 硫酸(1+1)。

3.7 磷酸(ρ 1.69 g/mL)。

3.8 冰乙酸(ρ 1.05 g/mL)。

3.9 硫酸-磷酸混合酸:于400 mL水中,在不断搅拌下缓慢加入100 mL硫酸(3.5),稍冷,加入200 mL磷酸(3.7),混匀。

3.10 王水:盐酸(ρ 1.19 g/mL)与硝酸(3.4)按(3+1)混合。

3.11 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶液(50%)。如溶液混浊,过滤后使用。

3.12 氨水(1+1)。

3.13 淀粉溶液(1%):称取1 g可溶性淀粉与水调成糊状,倾入80 mL沸水,加2滴盐酸(1+1),煮沸至淀粉全部溶解,用水稀释至100 mL,混匀。用时配制。

3.14 硫氰酸铵溶液(20%)。

3.15 铜标准溶液:称取1.000 0 g纯铜(含铜量99.9%以上)于250 mL烧杯中,加20 mL硝酸(1+1),盖上表皿,加热溶解。加10 mL硫酸(3.6),加热蒸发冒硫酸烟1 min。冷却,用水溶解盐类,移入

国家技术监督局1994-01-17批准

1994-10-01实施

1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.000 mg 铜。

3.16 硫代硫酸钠标准溶液

3.16.1 配制

称取 2.48 g 结晶状硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于经煮沸并冷却的水中,加 0.2 g 无水碳酸钠,待溶解完全后用煮沸并冷却的水稀释至 1 000 mL,混匀。溶液贮于棕色瓶中,在暗处放两天后标定使用。

3.16.2 标定

移取 20.00 mL 铜标准溶液(3.15)三份,分别置于 300 mL 烧杯中,加少量水,按 4.3.4 进行滴定。三份铜标准溶液所消耗硫代硫酸钠标准溶液的毫升数的极差值不超过 0.05 mL,取其平均值。

按下式计算硫代硫酸钠标准溶液对铜的滴定度:

$$T = \frac{V \times c}{V_1} \dots\dots\dots(1)$$

式中: T ——硫代硫酸钠标准溶液对铜的滴定度, g/mL;

V_1 ——滴定所消耗硫代硫酸钠标准溶液体积的平均值, mL;

c ——铜标准溶液的浓度, g/mL;

V ——移取铜标准溶液的体积, mL。

4 分析步骤

4.1 试样量

按表 1 称取试样。

表 1

含铜量, %	称样量, g
0.10~0.50	3.000
>0.50~1.00	2.000
>1.00~2.00	1.000
>2.00	0.500 0

4.2 空白试验

随同试样做空白试验。

4.3 测定

4.3.1 试样溶解

4.3.1.1 一般试样

将试样(4.1)置于 500 mL 烧杯中,加 50~70 mL 硫酸-磷酸混合酸(3.9),加热至试样溶解〔高硅试样加 0.5~1 g 氟化铵(3.2)〕,滴加硝酸(3.4)将碳化物破坏完全,继续加热至冒硫酸烟。

4.3.1.2 难溶于硫酸-磷酸混合酸试样

将试样(4.1)置于 500 mL 烧杯中,加 30~40 mL 王水(3.10),加热至试样溶解〔高硅试样加 0.5~1 g 氟化铵(3.2)〕,加 20 mL 磷酸(3.7)、10 mL 硫酸(3.5),继续加热至冒硫酸烟。

4.3.2 冷却,加 250~300 mL 水,在不断搅拌下加 50~70 mL 硫代硫酸钠溶液(3.11),煮沸 10 min,使

沉淀凝聚、溶液清晰。

4.3.3 以中速滤纸过滤,用热水将沉淀全部转移入滤纸中,洗涤沉淀及滤纸 5~7 次。将滤纸连同沉淀置于瓷坩埚中,干燥,灰化,于 550~600℃灼烧 10~15 min。冷却,加 4~5 g 焦硫酸钾(3.1),在 600℃熔融至透明。冷却,将坩埚置于 300 mL 烧杯中,加约 20 mL 水,加几滴硫酸(3.6),加热浸取,待熔融物全部溶解后洗出坩埚。冷却后加 0.5 g 氟化铵(3.2)。

4.3.4 滴加氨水(3.12)至溶液呈现稳定的铜氨络合物的蓝色,滴加冰乙酸(3.8)至溶液蓝色退去并过量 1 mL。加 3 g 碘化钾(3.3),混匀,盖上表皿,将烧杯置于暗处放置 2 min,用硫代硫酸钠标准溶液(3.16)滴定至溶液呈淡黄色,加 5 mL 淀粉溶液(3.13)和 5 mL 硫氰酸铵溶液(3.14),继续用硫代硫酸钠标准溶液(3.16)滴定至溶液由淡蓝色转为乳白色为终点。记下消耗硫代硫酸钠标准溶液的毫升数。

5 分析结果的计算

按下式计算铜的百分含量:

$$\text{Cu}(\%) = \frac{T \cdot (V_1 - V_2)}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: T ——硫代硫酸钠标准溶液对铜的滴定度, g/mL;

V_1 ——滴定试样溶液所消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL;

V_2 ——滴定空白溶液所消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL;

m ——试样量, g。

6 精密度

本标准的精密度是 1989 年选择 7 个水平由 8 个实验室共同试验确定的。精密度列于表 2。

表 2

水平范围, % (m/m)	重复性 r	再现性 R
0.12~2.63	$r = 0.007\ 131 + 0.014\ 11\ m$	$\lg R = -1.383\ 2 + 0.481\ 4 \lg m$

如果两个独立测试结果之间的差值超过表 2 中所列精密度函数式计算出的重复性或再现性数值,则认为这两个结果是可疑的。

附录 A
精密度试验原始数据
(补充件)

数 据 实验室	水平	1	2	3	4	5	6	7
1		0.127	0.452	0.621	1.006	1.252	2.019	2.623
		0.129	0.444	0.629	1.003	1.235	2.026	2.614
		0.131	0.444	0.623	1.003	1.268	2.013	2.601
2		0.126	0.448	0.631	1.000	1.290	2.004	2.608
		0.135	0.453	0.637	0.992	1.268	1.992	2.616
		0.126	0.448	0.618	0.998	1.277	1.981	2.647
3		0.118	0.442	0.597	0.992	1.262	1.958	2.619
		0.117	0.442	0.601	0.998	1.258	1.983	2.606
		0.117	0.448	0.601	0.995	1.265	1.983	2.619
4		0.128	0.448	0.647	0.991	1.248	1.980	2.666
		0.126	0.445	0.639	0.989	1.254	1.963	2.671
		0.129	0.443	0.638	0.989	1.252	1.969	2.679
5		0.120	0.440	0.646	1.024	1.280	2.030	2.618
		0.121	0.459	0.650	1.000	1.321	2.000	2.662
		0.110	0.450	0.660	1.008	1.299	1.984	2.641
6		0.124	0.456	0.626	1.020	1.269	1.999	2.635
		0.122	0.454	0.621	1.009	1.275	2.005	2.615
		0.122	0.452	0.621	1.006	1.256	2.005	2.648
7		0.131	0.466	0.633	1.005	1.323	1.888	2.620
		0.133	0.454	0.637	1.007	1.343	1.859	2.607
		0.130	0.459	0.627	1.006	1.307	1.869	2.623
8		0.129	0.449	0.644	1.006	1.308	1.991	2.631
		0.124	0.444	0.646	0.990	1.311	1.990	2.633
		0.127	0.450	0.643	1.003	1.308	1.981	2.632

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准由冶金工业部武汉钢铁公司钢铁研究所、北京钢铁研究总院起草。

本标准主要起草人曹宏燕、柯瑞华、张文荣。

本标准水平等级标记 GB/T 223.18 Y

(京)新登字 023 号

GB/T 223.18—94

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钢 铁 及 合 金 化 学 分 析 方 法
硫代硫酸钠分离-碘量法测定铜量

GB/T 223.18—94

*

中国标准出版社出版
(北京复外三里河)

中国标准出版社北京印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 8 千字
1994 年 10 月第一版 1994 年 10 月第一次印刷
印数 1—2 500

*

书号: 155066 · 1-11046 定价 8.00 元

*

标 目 248—13



GB/T 223.18-1994