

铜钨碳化钨真空触头材料化学分析方法
碘量法测定铜量

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

试料以硫酸和硫酸铵溶解,于弱酸介质中加入碘化钾溶液,使 Cu^{2+} 还原为 Cu^+ ,析出的碘,以淀粉为指示剂由硫代硫酸钠标准溶液滴定的体积测定铜的含量。

4 试剂

4.1 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

4.2 硫酸铵 固体。

4.3 氟化铵溶液(200 g/mL)。

4.4 氢氧化铵溶液(1+1)。

4.5 醋酸(1+2)用冰乙酸配制。

4.6 碘化钾溶液(200 g/L)。

4.7 硫氰酸铵溶液(200 g/L)。

4.8 硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定。

4.8.1 配制:称取 5.0 g 试剂溶于 1 L 刚煮沸并冷却后的含有 0.2 g 无水碳酸钠的蒸馏水中,放置一周后标定。

4.8.2 标定:准确称取 0.0500 g 纯铜(99.95%)于 250 mL 三角烧瓶中,加 10 mL 硝酸(1+1)加热溶解,除尽氮化物,蒸发近干,冷却,加约 20 mL 水,以下按 5.2.2~5.2.3 条进行。

硫代硫酸钠标准溶液相当铜的浓度按式(1)计算:

$$C = \frac{m}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中: C——硫代硫酸钠标准溶液相当铜的浓度, g/mL;

m——称取铜量, g;

V——标定消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL。

4.9 淀粉溶液(5 g/L),现用现配。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试料三份，精确至 0.0001 g。

表 1

铜 含 量 %	试 料 量 g
15.00~30.00	0.2000
>30.00~55.00	0.1000

5.2 测定

5.2.1 将试料置于 250 mL 三角烧瓶中，加入 5 mL 硫酸(4.1)，2 g 硫酸铵(4.2)，小心加热溶解(为防止飞溅，可在瓶口置一无颈小漏斗)后，冷却至 70~80℃，加入约 10~20 mL 水，摇动至粘稠的胶体溶解。

5.2.2 加 5 mL 氟化铵溶液(4.3)，用氢氧化铵溶液(4.4)中和至铜氨络离子蓝色出现后，再滴加醋酸(4.5)恰至铜氨络离子蓝色消失并过量 3 mL。

5.2.3 加 10 mL 碘化钾溶液(4.6)，立即用硫代硫酸钠标准溶液(4.8)滴定至淡黄色后，加 3 mL 淀粉溶液(4.9)，再滴定至淡蓝色后，加 10 mL 硫氰酸铵溶液(4.7)，继续滴定至蓝色消失(一分钟不返蓝)为终点。记下硫代硫酸钠标准溶液滴定的体积(mL)。

6 分析结果的计算

铜的百分含量按式(2)计算：

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

式中：C——硫代硫酸钠标准溶液相当铜的浓度，g/mL；

V——滴定试料消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积，mL；

m——试料量，g。

7 允许差

实验之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

铜 含 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起草。

本标准主要起草人 赵光映 张清义 黄留庆 宋占法