



# 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 252.4—2007  
代替 YS/T 252.4—1994

---

## 高镍钨化学分析方法 铜量的测定 硫代硫酸钠滴定法

Methods for chemical analysis of nickel matte—  
Determination of copper content—  
Sodium thiosulphate titrimetric method

2007-04-13 发布

2007-10-01 实施

---

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

## 前 言

YS/T 252《高镍硫化学分析方法》共为五个部分：

YS/T 252.1 高镍硫化学分析方法 镍量的测定 丁二酮肟重量法

YS/T 252.2 高镍硫化学分析方法 铁量的测定 磺基水杨酸光度法

YS/T 252.3 高镍硫化学分析方法 钴量的测定 火焰原子吸收光谱法

YS/T 252.4 高镍硫化学分析方法 铜量的测定 硫代硫酸钠滴定法

YS/T 252.5 高镍硫化学分析方法 硫量的测定 燃烧-中和滴定法

本部分为第 4 部分。

本部分代替 YS/T 252.4—1994《硫代硫酸钠滴定法测定铜量》。与 YS/T 252.4—1994 相比,本部分主要有如下变化:

——测定范围由 6.00%~30.00%调整为 6%~55%;

——试料量由 0.200 g 调整为 0.400 g;

——硫代硫酸钠标准溶液浓度由 0.02 mol/L 调整为 0.01 mol/L;

——增加了重复性限,补充了质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由金川集团有限公司负责起草。

本部分由广州有色金属研究院、北京矿冶研究总院参加起草。

本部分主要起草人:刘海东、喻生洁、汪忠、林秀英、赵军锋、朱玉强。

本部分主要验证人:戴凤英、张永进、麦丽碧、汤淑芳、于力。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分的历次发布的标准版本:

——GB 5194.4—1985;

——YS/T 252.4—1994。

## 高镍钨化学分析方法

### 铜量的测定 硫代硫酸钠滴定法

#### 1 范围

本标准规定了高镍钨中铜量的测定方法。

本标准适用于高镍钨中铜量的测定。测定范围:6%~55%。

#### 2 方法提要

试料用盐酸、硝酸-氯酸钾饱和溶液分解,用氟化氢铵掩蔽铁并控制溶液 pH3.5~pH4,加入碘化钾,使铜生成碘化亚铜沉淀,并析出等量的碘,以淀粉溶液为指示剂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液间接测定铜量。

#### 3 试剂

3.1 氟化氢铵。

3.2 碘化钾。

3.3 氨水( $\rho$  0.90 g/mL)。

3.4 盐酸( $\rho$  1.19 g/mL)。

3.5 硝酸( $\rho$  1.42 g/mL)。

3.6 硝酸(1+1)。

3.7 硫酸(1+1)。

3.8 尿素饱和溶液。

3.9 硫氰酸钾溶液(100 g/L)。

3.10 硝酸-氯酸钾饱和溶液:将氯酸钾溶解于硝酸(3.5)中直至饱和。

3.11 淀粉溶液(5 g/L)。

3.12 铜标准溶液:准确称取 1.000 0 g 金属铜(铜的质量分数 $\geq$ 99.95%),置于 400 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.6),低温溶解并蒸发至粘稠状,冷却。加入 5 mL 硫酸(3.7),加热至冒大量白烟后,稍冷,加水煮沸溶解盐类,冷却至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中,以水定容。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铜。

3.13 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.01 \text{ mol/L}$ ]:

3.13.1 配制:称取 2.5 g 硫代硫酸钠( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ),溶于新煮沸并冷却至室温的水中,加入 0.1 g 无水碳酸钠,溶解后移入 1 000 mL 棕色瓶中,以水定容。放置一周后标定。

3.13.2 标定:移取 25.00 mL 铜标准溶液(3.12)于 300 mL 三角烧杯中,滴加氨水(3.3)至深蓝色,以下按 4.3.3 进行。

按式(1)计算硫代硫酸钠标准滴定溶液对铜的滴定系数:

$$F_{\text{Cu}} = \frac{\rho \times V_1}{V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$F_{\text{Cu}}$ ——滴定系数,单位体积的硫代硫酸钠标准滴定溶液相当于铜的质量,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$\rho$ ——铜标准溶液的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$V_1$ ——分取铜标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——滴定铜标准溶液时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。