

ICS 71.040.40
CCS H 10



团 体 标 准

T/FSI 182—2024

有机硅海绵铜中铜含量的测定

Determination of copper content in sponge copper from organosilicon
production

2024-12-30 发布

2025-01-31 实施

中国氟硅有机材料工业协会 发布
中国标准出版社 出版

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 方法概述	1
5 试剂	1
6 仪器和设备	2
7 水分的测定	2
8 干基海绵铜中铜含量的测定	2
9 海绵铜中铜含量的计算	3
10 测验报告	3

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国氟硅有机材料工业协会提出。

本文件由中国氟硅有机材料工业协会标准化委员会归口。

本文件起草单位：唐山三友硅业股份有限公司、中蓝晨光成都检测技术有限公司、中蓝晨光化工研究院有限公司。

本文件主要起草人：张香丽、王照江、罗晓霞、陈敏剑、于增盛。

有机硅海绵铜中铜含量的测定

1 范围

本文件描述了有机硅海绵铜中铜含量的测定方法。

本文件适用于以有机硅含铜废触体及含铜浆渣水解物为原料,经过酸液浸泡、铁粉还原等工艺,生产的海绵铜中铜含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法概述

样品经烘干测试水分后,将干基铜研磨、硝酸分解、过滤得到滤液,调节滤液 pH 值为 3~4。加入氟化钠掩蔽铁后,再加入碘化钾与二价铜离子反应析出单质碘。以淀粉为指示剂,利用硫代硫酸钠标准溶液滴定碘单质,得到干基铜含量。通过样品水分及干基铜含量,换算得出海绵铜中铜的质量分数。

5 试剂

除非另有说明,本文件所用的试剂和水应满足分析纯和 GB/T 6682 中规定的三级水的要求。

5.1 硝酸($\rho=1.4$ g/mL),分析纯。

5.2 硝酸(1+1)。

5.3 氨水($\rho=0.9$ g/mL),分析纯。

5.4 氨水(1+1)。

5.5 冰乙酸($\rho=1.05$ g/mL),分析纯。

5.6 乙酸(1+3)。

5.7 氟化钠,分析纯。

5.8 碘化钾,分析纯。

5.9 硫代硫酸钠标准滴定溶液 $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1$ mol/L:按 GB/T 601 的要求配制与标定。

5.10 淀粉指示剂 10 g/L:按 GB/T 603 的要求配制。

5.11 硫氰酸钾溶液 250 g/L:称取 25 g 硫氰酸钾,溶于 100 mL 水中。

6 仪器和设备

6.1 天平

分度值分别为 0.1 mg 和 0.01 g。

6.2 恒温鼓风干燥箱

控制精度±2℃。

6.3 制样研磨机

出料粒径小于或等于 150 μm。

7 水分的测定

7.1 测定步骤

取 300 g(精确至 0.01 g)的原始试样,平铺于已知质量(m_1)的干燥盘内,试样平铺厚度不超过 10 mm,称量试样和干燥盘的总质量(精确至 0.01 g),记为 m_2 。将试样和干燥盘一起放入(105±2)℃恒温鼓风干燥箱内干燥 4 h,取出试样和干燥盘,暴露空气中每隔 1 h 称量一次,直至两次称量之差不大于原始试样质量的 0.10%。记录最后一次质量 m_3 (精确至 0.01 g)。

7.2 结果的计算和表示

海绵铜中水的质量分数 ω_1 ,按式(1)计算:

$$\omega_1 = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——干燥盘质量,单位为克(g);

m_2 ——干燥盘加湿样质量,单位为克(g);

m_3 ——干燥盘加干样质量,单位为克(g)。

取 2 次平行测定结果的算术平均值为测定结果,保留小数点后 2 位,按照 GB/T 8170 对结果进行修约。两次测试结果的绝对差值应不大于 0.50%。

8 干基海绵铜中铜含量的测定

8.1 试样制备

用制样研磨机将测定水分后的干基海绵铜样品进行研磨,制备的试样应全部通过 150 μm 标准筛,并混至均匀。

8.2 测定步骤

称取约 3 g(精确至 0.000 1 g)干基海绵铜试样于 250 mL 烧杯中,加入 30 mL 硝酸(5.2),加热微沸至少 30 min。加热过程中,摇动烧杯数次,并用少许水冲洗烧杯壁。待样品充分分解且溶液浓缩至约

10 mL,取下样品瓶,冷却至室温。用脱脂棉和滤纸(脱脂棉和滤纸可叠放)过滤浓缩液,用水冲洗不溶物三次,洗液与滤液合并。在 250 mL 容量瓶中定容滤液,混至均匀得到试验溶液 A。

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A 置于 250 mL 烧杯中。滴加氨水(5.4)至沉淀物生成,然后滴加乙酸(5.6)至沉淀物消失,再过量加入 4 mL 乙酸(5.6),加入 2 g 氟化钠(5.7)。轻轻摇晃 1 min,加入 5 g 碘化钾(5.8)。用硫代硫酸钠标准滴定溶液(5.9)滴定至溶液呈淡黄,加 2.5 mL 淀粉指示剂(5.10),继续滴定至蓝色消失。再加入 5 mL 硫氰酸钾溶液(5.11),溶液呈蓝色,继续用硫代硫酸钠标准滴定溶液(5.9)滴定至蓝色消失为终点,记录硫代硫酸钠标准溶液的消耗体积 V_1 。

随同试样滴定过程,做空白试验,空白消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积记为 V_0 。

8.3 结果的计算和表示

干基海绵铜中铜的质量分数 ω_2 ,按式(2)计算:

$$\omega_2 = \frac{c \times (V_1 - V_0) \times M}{m \times (25/250) \times 10} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- c —— 硫代硫酸钠标准滴定溶液物质的量浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_0 —— 滴定空白试验溶液所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
- V_1 —— 滴定试样溶液所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
- M —— 铜的摩尔质量($M=63.546$),单位为克每摩尔(g/mol);
- m —— 干基海绵铜试样的质量,单位为克(g)。

取 2 次平行测定结果的算术平均值为测定结果,保留小数点后 2 位,按照 GB/T 8170 对结果进行修约。两次测试结果的绝对差值应不大于 0.50%。

9 海绵铜中铜含量的计算

海绵铜中铜的质量分数 ω ,以质量百分数(%)表示,按式(3)计算:

$$\omega = (1 - \omega_1/100) \times \omega_2 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- ω_1 —— 海绵铜样品中水的含量,%;
- ω_2 —— 干基海绵铜中铜的含量,%。

10 测验报告

测试报告应至少包括下列内容:

- a) 试验方法,注明参照本文件;
- b) 所检测产品的特征;
- c) 检测结果;
- d) 试验日期;
- e) 本文件中未规定或可选的任何细节以及可能影响结果的任何因素。