

银氧化锌电触头材料化学分析方法  
硫脲分光光度法测定铋量

JB/T 7774.3—1995

1 主题内容与适用范围

本标准规定了银氧化锌电触头材料中铋量的测定方法。

本标准适用于银氧化锌电触头材料中铋量的测定。测定范围：0.05%~0.50%。

2 引用标准

GB 7729—87 冶金产品化学分析 分光光度法通则

JB 4107.1—85 电触头材料化学分析方法 总则和一般规定

3 方法原理

试料用硝酸溶解，在酸性介质中铋[Ⅲ]与硫脲形成黄色可溶性络合物而进行光度测定。

4 试剂

4.1 硝酸(1+2)。

4.2 硝酸(1+14)。

4.3 氯化钠溶液(50 g/l)。

4.4 硫脲溶液(100 g/l)(当日配制，过滤使用)。

4.5 铋标准溶液：称取 0.2310 g 硝酸铋 $[\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}]$ 于 1000 ml 容量瓶中，加硝酸(4.2)溶解并稀释至刻度。混匀。此溶液 1 ml 含 0.1 mg 铋。

5 仪器

分光光度计。

6 分析步骤

6.1 试料

称取约 0.2 g 试料，精确至 0.0001 g。

6.2 空白试验

随同试样做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 250 ml 锥形瓶中，加入 5 ml 硝酸(4.1)，低温加热溶解，除尽氮氧化物，冷却。加入 16.0 ml 氯化钠溶液(4.3)产生氯化物沉淀并加热煮沸 3~5 min，使沉淀凝聚，取下冷却后加 10 ml 硝酸(4.1)。用慢速定量滤纸将溶液过滤入 100 ml 量瓶并用 20~25 ml 硝酸(4.2)洗涤锥形瓶及沉淀各三次以上。

6.3.2 在 100 ml 容量瓶(6.3.1)中加入 30 ml 硫脲溶液(4.4)，用硝酸(4.2)稀释至刻度。混匀。放置

15 min。

6.3.3 在分光光度计波长 445 nm 处用 3 cm 比色皿，以水为参比测其吸光度，减去空白吸光度，从工作曲线上查出相应铋量。

#### 6.4 工作曲线的绘制

移取 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 ml 铋标准溶液(4.5)分别置于 50 ml 量瓶中，各加入 8.0 ml 氯化钠溶液(4.3)，10 ml 硝酸(4.1)，15.0 ml 硫脲溶液(4.4)。稀释至刻度。摇匀。放置 15 min。在分光光度计波长 445 nm 处用 3 cm 比色皿，以水为参比测其吸光度，减去空白吸光度，以铋量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

#### 7 分析结果计算

铋百分含量按下式计算：

$$\text{Bi}(\%) = \frac{2 m_1 \times 10^{-3}}{m_0} \times 100$$

式中：  $m_1$ ——从工作曲线上查得铋量。mg；

$m_0$ ——试样的质量，g。

#### 8 允许差

试验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1

%

铋 量	允 许 差
0.05~0.25	0.02
>0.25~0.5	0.04

#### 附加说明：

本标准由机械工业部桂林电器科学研究所提出并归口。

本标准由上海合金材料总厂负责起草。

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 李玉仁 赵世育