

中华人民共和国机械行业标准

银氧化镉电触头材料化学分析方法 苯茚酮分光光度法测定锡量

JB/T 7776.5—1995

1 主题内容与适用范围

本标准规定了银氧化镉电触头材料中锡量的测定方法。

本标准适用于银氧化镉电触头材料中锡量的测定。测定范围：0.10%~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

试料用硫酸分解，在 0.5~0.6 mol/L 硫酸介质中锡[N]与苯茚酮形成桔黄色络合物。在分光光度计波长 510 nm 处测量吸光度。

4 试剂

4.1 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

4.2 硫酸(1+1)。

4.3 酒石酸钾钠溶液(100 g/L)。

4.4 硫脲溶液(50 g/L)。

4.5 阿拉伯胶溶液(10 g/L)。

4.6 苯茚酮溶液(0.3 g/L)：称取 0.15 g 苯茚酮溶于 50 mL 无水乙醇中，加入 2 mL 硫酸(4.2)，用无水乙醇稀释至 500 mL，混匀，贮入棕色瓶中，放置一天后备用。

4.7 锡标准贮存溶液：称取 0.1000 g 纯锡(99.95%)置于 100 mL 烧杯中，用 10 mL 硫酸(4.1)加热溶解，冷却至室温。将溶液用硫酸(1+6)移入 1000 mL 容量瓶中，冷却至室温。用硫酸(1+6)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 锡。

4.8 锡标准溶液：移取 50.00 mL 锡标准贮存溶液(4.7)，于 500 mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 锡。

5 仪器

分光光度计。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.2 g 试料，精确至 0.0001 g。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 6.5 mL 硫酸(4.1),盖上表皿,在平台炉高温处溶解 70 min,取下放冷。

6.3.2 用水冲洗表皿及杯壁,冷却至室温。移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。

6.3.3 分取 5.00 mL 试料溶液,于 50 mL 容量瓶中,加入 2.6 mL 硫酸(4.2),2 mL 酒石酸钾钠溶液(4.3),1 mL 硫脲溶液(4.4),2 mL 阿拉伯胶溶液(4.5),10 mL 苯芴酮溶液(4.6),用 40~60℃ 热水稀释至刻度,混匀,放置 15 min。

6.3.4 将部分溶液移入 1 cm 比色皿中,以空白试验为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量吸光度,从工作曲线上查出相应的锡量。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL 锡标准溶液(4.8),于一组 50 mL 容量瓶中,加入 2.8 mL 硫酸(4.2),以下操作从 6.3.3 条,加入 2 mL 酒石酸钾钠溶液开始和 6.3.4 条进行。以零浓度溶液为参比测量吸光度。

6.4.2 以锡量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

锡的百分含量按式(1)计算:

$$\text{Sn}(\%) = \frac{m_0 \cdot V_0 \cdot 10^{-6}}{m_1 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_0 ——从工作曲线上查得的锡量, μg ;

V_0 ——试料溶液的总体积, mL;

V_1 ——分取试料溶液体积, mL;

m_1 ——试料的质量, g。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1

%

锡 量	允 许 差
0.10~0.30	0.02
>0.30~0.50	0.03

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。

本标准由国营六一五厂负责起草。

本标准主要起草人 刘成俊 李秉宽 唐跃林

www.bzxz.net

免费标准下载网