

银氧化镉电触头材料化学分析方法
硫脲分光光度法测定铋量

JB/T 7776.6—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铋量的测定方法。

本标准适用于银氧化镉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

试料以硝酸、酒石酸分解，用氯化钠分离银后，在酸性介质中铋[Ⅲ]与硫脲形成黄色可溶性络合物，在分光光度计波长 445 nm 处测量吸光度。

4 试剂

4.1 硝酸(1+2)。

4.2 硝酸(1+14)。

4.3 酒石酸溶液(50 g/L)。

4.4 氯化钠溶液(50 g/L)。

4.5 硫脲溶液(100 g/L)。(当日配制，过滤使用)。

4.6 铋标准溶液：称取 0.2310 g 硝酸铋[Bi(NO₃)₃·5H₂O]于 1000 mL 容量瓶中，用硝酸(4.2)溶解并稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 0.10 mg 铋。

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 250 mL 锥形瓶中，加入 10 mL 酒石酸溶液(4.3)，5 mL 硝酸(4.1)，低温加热溶解，除尽氮的氧化物，冷却至室温。以少量水洗瓶壁。

6.3.2 加入 16.0 mL 氯化钠溶液(4.4)，加热煮 5 min，使氯化银沉淀凝聚，取下放冷，加入 10 mL 硝

酸(4.1)。

6.3.3 用慢速定量滤纸过滤于 100 mL 容量瓶中,用 20~25 mL 硝酸(4.2)洗涤锥形瓶及沉淀各 3 次以上。

6.3.4 加入 30 mL 硫脲溶液(4.5),用硝酸(4.2)稀释至刻度,混匀。放置 15 min。

6.3.5 将部分溶液移入 3 cm 比色皿中,以水为参比,于分光光度计波长 445 nm 处测量吸光度。

6.3.6 减去空白试验吸光度,从工作曲线上查出相应的铋量。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00 mL 铋标准溶液(4.6),于一组 100 mL 容量瓶中,加入 20 mL 硝酸(4.1), 16.0 mL 氯化钠溶液(4.4), 30 mL 硫脲溶液(4.5),稀释至刻度,混匀,放置 15 min。以下操作按 6.3.5 条进行。

6.4.2 减去零浓度溶液吸光度,以铋量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

铋的百分含量按式(1)计算:

$$\text{Bi}(\%) = \frac{m_0 \times 10^{-6}}{m_1} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中: m_0 ——从工作曲线上查得的铋量, μg ;

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

%

铋 量	允 许 差
0.05~0.15	0.02
>0.15~0.30	0.03
>0.30~0.50	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。

本标准由国营六一五厂负责起草。

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

www.bzxz.net

免费标准下载网