

银氧化锡氧化铟电触头材料化学分析方法
碘量法测定锡量

JB/T 7777.1—1995

1 主题内容与适用范围

本标准规定了银氧化锡氧化铟电触头材料中锡量的测定方法。

本标准适用于银氧化锡氧化铟电触头材料中锡量的测定。测定范围：3.00%~10.00%。

2 引用标准

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

试料用硫硝混合酸分解，以铁作载体，加入氢氧化铵使锡与铁生成共沉淀与银基体分离。然后与过氧化钠熔融，热水浸取，用铝片将四价锡还原为二价锡，以淀粉作指示剂，用碘酸钾标准溶液滴定至溶液出现浅蓝色为终点。

4 试剂

4.1 氯化铵(固体)。

4.2 过氧化钠(固体)。

4.3 铝片(99.5%以上)。

4.4 混合酸：3 体积硫酸(ρ 1.84 g/mL)与 2 体积硝酸(ρ 1.42 g/mL)混合。

4.5 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.6 氢氧化铵(ρ 0.90 g/mL)。

4.7 氢氧化铵(5+95)。

4.8 三氯化铁溶液(100 g/L)。

4.9 氯化钠溶液(10 g/L)。

4.10 碳酸氢钠饱和溶液。

4.11 碘酸钾标准溶液：称取 0.6010 g 经 105℃ 烘干 1 h 并冷却的基准碘酸钾，溶于水中，加入 5 g 碘化钾和 25 mL 氢氧化钠溶液(2 g/L)，搅拌溶解后移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升相当于 0.0010 g 锡。

4.12 淀粉溶液(10 g/L)：称取 1 g 可溶性淀粉，加 5 mL 水搅拌，加 100 mL 沸水，煮沸，冷却。

5 设备

高温炉。

6 分析步骤

6.1 试料

称取约 0.5 g 试料, 精确至 0.0001 g。

6.2 空白试验

随同试料作空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 200 mL 烧杯中, 加 15 mL 温合酸(4.4), 盖上表皿, 加热分解试料。待作用至无小气泡时, 摇动两次, 继续加热至冒浓白烟, 冷却。用水冲洗表皿和杯壁, 使试液体积约为 50 mL。

6.3.2 加入 5 mL 三氯化铁溶液(4.8)和 5 g 氯化铵(4.1), 搅拌, 用氢氧化铵(4.6)中和至银的沉淀物溶解并过量 10 mL。待大部分沉淀下降后, 用快速定性滤纸过滤, 用氢氧化铵(4.7)洗涤烧杯和沉淀至滤液中无银离子。滤液酸化后, 用氯化钠溶液(4.9)检查。弃去滤液。

6.3.3 将沉淀连同滤纸一起置于铁坩锅中, 在电炉上灰化后移入 700℃ 高温炉中灼烧 15 min, 取出冷却。加入 4 g 过氧化钠(4.2), 用玻棒搅匀。放入 700℃ 高温炉中熔融 5 min, 摇动一次坩锅, 再熔融 5 min, 取出冷却。

6.3.4 用热水浸取于原烧杯中, 用水洗出坩锅, 加入 70 mL 盐酸(4.5), 低温煮沸溶解铁皮。将溶液移入 500 mL 锥形瓶中, 加 2 g 铝片(4.3), 用带有橡皮塞的盖氏漏斗将瓶盖紧, 向盖氏漏斗中加入碳酸氢钠饱和溶液(4.10)。经常摇动, 反应剧烈时宜用冰水或自来水冷却, 防止溶液冲出瓶外。待反应缓慢时, 将瓶移至电炉上, 铝片溶完后煮沸 1~2 min, 取下流水冷却至室温。在冷却过程中须随时注意补充碳酸氢钠饱和溶液(4.10), 以隔绝空气。

6.3.5 取下盖氏漏斗, 将漏斗中碳酸氢钠饱和溶液注入锥形瓶中, 迅速加入 5 mL 淀粉溶液(4.12)用碘酸钾标准溶液(4.11)滴定至溶液恰呈浅蓝色为终点。

7 分析结果的计算

锡的百分含量按式(1)计算:

$$\text{Sn}(\%) = \frac{(V_1 - V_2) \times 0.0010}{m} \times 100 = \frac{0.10(V_1 - V_2)}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中: V_1 ——滴定试液消耗碘酸钾标准溶液的体积, mL;

V_2 ——滴定空白试验消耗碘酸钾标准溶液的体积, mL;

m ——试料的质量, g;

0.0010——与 1.00 mL 碘酸钾标准溶液相当的锡的质量, 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
3.00~5.00	0.25
>5.00~8.00	0.30
>8.00~10.00	0.35

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。

本标准由广州电工合金厂起草, 桂林电器科学研究所参加起草。

本标准主要起草人 赖丙信 刘耀平