

银氧化锡氧化铟电触头材料化学分析方法
丁二酮肟分光光度法测定镍量

JB/T 7777.3—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镍量的测定方法。

本标准适用于银氧化锡氧化铟电触头材料中镍量的测定。测定范围：0.03%~1.00%。

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

试料用硫硝酸混合酸分解，溴化银沉淀过滤分离银和二氧化锡，以酒石酸钾钠为掩蔽剂，在强碱性介质中，以过硫酸铵为氧化剂，镍(Ⅱ)与丁二酮肟生成可溶性酒红色络合物，在分光光度计 470 nm 处测量其吸光度。

4 试剂

4.1 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。

4.2 溴化钠溶液(200 g/L)。

4.3 酒石酸钾钠溶液(400 g/L)。

4.4 氢氧化钠溶液(100 g/L)，贮存于塑料瓶中。

4.5 过硫酸铵溶液(60 g/L)，用时配制。

4.6 丁二酮肟碱性溶液(50 g/L)：称取 5 g 丁二酮肟于塑料杯中，加入 100 mL 氢氧化钠溶液(4.4)，搅拌溶解后，贮存于塑料瓶中。

4.7 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液(100 g/L)。

4.8 镍标准贮存溶液：称取 0.2000 g 纯镍(99.95%)，置于 250 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸(1+1)，盖上表面皿，加热溶解并驱除氮的氧化物，冷却。移入 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镍。

4.9 镍标准溶液：吸取 5.00 mL 镍标准贮存溶液(4.8)于 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 25 μ g 镍。

5 仪器

分光光度计。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试料，精确至 0.0001 g。

表 1

镍 量 %	试 料 g
0.03~0.15	1
>0.15~0.40	0.5
>0.40~1.00	0.25

6.2 测定

6.2.1 将试料(6.1)置于 250 mL 三角烧杯中，加入 20 mL 混合酸(4.1)，加热至硫酸烟冒至杯口，冷却。

6.2.2 用水洗涤杯壁，使溶液体积约为 60 mL，在不断摇动下加入 10 mL 溴化钠溶液(4.2)，加热煮沸至试液清亮，静置 30 min。

6.2.3 用两层慢速定性滤纸倾斜法过滤，用水洗涤沉淀及杯壁 4 次，洗涤滤纸 3 次，滤液及洗涤液收集于 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

6.2.4 分取 25.00 mL 试液两份，分别置于 100 mL 容量瓶中，以下按 6.2.5~6.2.6 条进行。

6.2.5 显色溶液：在一份试液中，加 10 mL 酒石酸钾钠溶液(4.3)，用氢氧化钠溶液(4.4)中和至试液呈碱性(可用 pH 广泛试纸检验)，过量 3 mL。加 5 mL 过硫酸铵溶液(4.5)和 3 mL 丁二酮肟碱性溶液(4.6)，混匀。放置 10 min 后，加入 5 mL EDTA 溶液(4.7)，用水稀释至刻度，混匀。

6.2.6 参比溶液：向另一份试液中，先加入 5 mL EDTA 溶液(4.7)，再按 6.2.5 条进行。

6.2.7 将部分显色溶液移入 1 cm 比色皿中，以参比溶液为参比，于分光光度计波长 470 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的镍量。

6.3 工作曲线的绘制

6.3.1 移取 0、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL 镍标准溶液(4.9)分别置于一组 100 mL 容量瓶中，以下按 6.2.5 条进行。

6.3.2 以零浓度镍标准溶液作参比，按 6.2.7 条进行测量，以镍量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

7 分析结果计算

镍的百分含量按式(1)计算：

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

式中： m_1 ——从工作曲线上查得镍量， μg ；

V_0 ——试液总体积，mL；

V_1 ——分取试液体积，mL；

m_0 ——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 2 所列允许差。

表 2

%

镍 量	允 许 差
0.03~0.10	0.010
>0.10~0.50	0.020
>0.50~1.00	0.025

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。

本标准由机械工业部桂林电器科学研究所起草，苏州合金材料厂参加起草。

本标准主要起草人 简兰香 柳雪珍

www.bzxz.net

免费标准下载网