

ICS 29.120.20

K 14

备案号: 23251—2008



# 中华人民共和国机械行业标准

JB/T 6237.1—2008

代替 JB/T 6237.1—1992

---

## 电触头材料用银粉化学分析方法 第 1 部分: 氯化银沉淀—对二甲替氨基亚 苄基罗丹宁分光光度法测定银量

**Test methods for chemical analysis of silver powder for electric contact material  
—Part 1: Determination of silver content**

2008-03-12 发布

2008-09-01 实施

---

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

## 目 次

前言 .....	III
1 范围 .....	1
2 方法原理 .....	1
3 试剂 .....	1
4 仪器 .....	2
5 试样 .....	2
6 分析步骤 .....	2
6.1 测定 .....	2
6.2 工作曲线的绘制 .....	2
7 分析结果的计算 .....	2
8 精密度 .....	3

## 前 言

JB/T 6237《电触头材料用银粉化学分析方法》分为以下 10 个部分：

- 第 1 部分：氯化银沉淀-对二甲替氨基苄基罗丹宁分光光度法测定银量；
- 第 2 部分：双环己酮草酰二胺分光光度法测定铜量；
- 第 3 部分：邻菲罗啉分光光度法测定铁量；
- 第 4 部分：火焰原子吸收光谱法测定镍量；
- 第 5 部分：火焰原子吸收光谱法测定钠量；
- 第 6 部分：火焰原子吸收光谱法测定镁量；
- 第 7 部分：重量法测定水分含量；
- 第 8 部分：银粉水溶液 pH 值测定；
- 第 9 部分：联苯胺目视比色法测定硝酸盐含量；
- 第 10 部分：重量法测定氯化银含量。

本部分为 JB/T 6237 的第 1 部分。

本部分代替 JB/T 6237.1—1992《电触头用银粉化学分析方法 氯化银沉淀-对二甲替氨基苄基罗丹宁分光光度法测定银量》。

本部分与 JB/T 6237.1—1992 相比，主要变化如下：

- 将引用标准改为最新版本；
- 技术内容做了少量修改（3.9.2）；
- 将允许差改为精密度，表述方式做了相应修改；
- 将试样独立成章。

本部分由中国机械工业联合会提出。

本部分由全国电工合金标准化技术委员会（SAC/TC 228）归口。

本部分负责起草单位：桂林电器科学研究所、上海电科电工材料有限公司、绍兴县宏峰化学金属制品厂。

本部分参加起草单位：佛山精密电工合金有限公司、瑞安市贵金电工合金材料有限公司、温州宏丰电工合金有限公司、浙江天银合金技术有限公司。

本部分主要起草人：谢永忠、陆尧、陈达峰、陈京生、刘跃平、杨晓玲、赵章光、陈晓、包巨飞。

本部分所代替标准的历次版本发布情况：

- JB/T 6237.1—1992。

# 电触头材料用银粉化学分析方法

## 第 1 部分：氯化银沉淀—对二甲替氨基亚苄基罗丹宁分光光度法测定银量

### 1 范围

JB/T 6237 的本部分规定了电触头材料用银粉中银含量的测定方法。

本部分适用于电触头材料用银粉中银含量的测定。测定范围：99.60%~99.98%。

### 2 方法原理

试料用硝酸分解后，定量加入氯化钠标准溶液，使大部分银生成氯化银沉淀，经振荡澄清后，余下银离子在表面活性剂十二烷基硫酸钠和分散剂聚乙烯醇存在下与对二甲替氨基亚苄基罗丹宁生成三元络合物，于分光光度计波长 480nm 处测量其吸光度。

### 3 试剂

3.1 无水乙醇。

3.2 硝酸 (1+1)。

3.3 十二烷基硫酸钠溶液 (10g/L)。

3.4 聚乙烯醇溶液 (10g/L)。

3.5 对二甲替氨基亚苄基罗丹宁 (玫瑰红银) 溶液 (0.1g/L)：称取 0.01g 玫瑰红银置于 200mL 烧杯中，加入 100mL 无水乙醇 (见 3.1)，微热溶解，过滤。

3.6 银标准贮存溶液：称取 1.0000g 银 (99.99%) 置于 100mL 烧杯中，加入 10mL 硝酸 (见 3.2)，盖上表面皿，加热溶解，驱除氮的氧化物，冷却。移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液 1mL 含 1mg 银。

3.7 银标准溶液：移取 10.00mL 银标准贮存溶液 (见 3.6) 置于 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液 1mL 含 10 $\mu$ g 银。

3.8 稀氯化钠标准溶液：移取 100mL 浓氯化钠标准溶液 (见 3.9.1) 置于 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.9 浓氯化钠标准溶液：

#### 3.9.1 配制

称取 5.419g 经 105 $^{\circ}$ C 烘干 2h 并冷却至室温的氯化钠置于 300mL 烧杯中，以水溶解后移入 1000mL 容量瓶中并稀释至刻度，混匀，静置 4h。

#### 3.9.2 校正

称取 1.0000g 纯银置于 300mL 锥形瓶 (见 4.4) 中，加入 10mL 硝酸 (见 3.2)，加热溶解，冷却。用移液管 (见 4.3) 加入 100.0mL 浓氯化钠标准溶液 (见 3.9.1)，拧紧胶塞，电动振荡 4min，静置澄清后，取下胶塞，加入 0.5mL 稀氯化钠标准溶液 (见 3.8)，如试液浑浊，需继续振荡，静置澄清后，再加入 0.5mL 稀氯化钠标准溶液 (见 3.8)，直到试液中不再出现浑浊为终点。如加入稀氯化钠标准溶液 (见 3.8) 总体积在 0.5mL~2.0mL 之间，就不需再调整，若超过 2mL，按式 (1) 计算补加氯化钠量：

$$m = \frac{(V-2) \times 5.419V_0}{10^6} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$m$ ——应补加氯化钠的质量, 单位为 g;

$V$ ——滴定所消耗稀氯化钠标准溶液 (见 3.8) 的体积, 单位为 mL;

$V_0$ ——剩余浓氯化钠标准溶液 (见 3.9) 的总体积, 单位为 mL。

若  $(V-2) < 0$  时, 应将  $V$  按负数代入式 (2),  $V_2$  中计算加水体积。

经振荡试液澄清后, 加入 0.5mL 稀氯化钠标准溶液 (见 3.8) 后不出现浑浊, 加 0.5mL 银标准贮存溶液 (见 3.6) 振荡, 试液澄清后, 再加入 0.5mL 银标准贮存溶液 (见 3.6), 如出现浑浊继续振荡, 澄清, 再用银标准贮存溶液 (见 3.6) 滴定, 直至试液中不再出现浑浊为终点。记录滴定毫升数时, 应减去最初加入的 0.5mL 稀氯化钠标准溶液 (见 3.8) 所消耗的 0.5mL 银标准贮存溶液 (见 3.6)。按式 (2) 计算补加水体积:

$$V_1 = \frac{(V_2 + 2) \times V_0}{1000} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$V_1$ ——应补加水的体积, 单位为 mL;

$V_2$ ——滴定消耗银标准贮存溶液 (见 3.6) 的总体积, 单位为 mL。

## 4 仪器

4.1 分光光度计。

4.2 电动振荡机, 270r/min。

4.3 移液管 (100.0mL)。

4.4 锥形瓶 (300mL), 配橡皮塞。

## 5 试样

称取 1g, 精确至 0.0001g 银标样和银试料各三份。

## 6 分析步骤

### 6.1 测定

6.1.1 将试料与银标样 (见第 5 章) 分别置于锥形瓶 (见 4.4) 中, 加 10mL 硝酸 (见 3.2), 低温加热溶解完全, 取下稍冷, 用少量水冲洗瓶壁, 再煮至冒大泡, 取下, 冷却。

6.1.2 用移液管 (见 4.3) 加入 100.0mL 浓氯化钠标准溶液 (见 3.9), 拧紧胶塞, 移置电动振荡机 (见 4.2) 上振荡 4min, 取下, 连沉淀移入 250mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀, 静置 30min。

6.1.3 吸取上层清液 10.00mL 置于 100mL 容量瓶中。

6.1.4 加 1mL 硝酸 (见 3.2), 用水稀释至 50mL~60mL, 加无水乙醇 (见 3.1)、十二烷基硫酸钠溶液 (见 3.3)、聚乙烯醇溶液 (见 3.4) 各 2mL, 再加入玫瑰红银溶液 (见 3.5) 3mL 用水稀释至刻度, 混匀。

6.1.5 将部分溶液移入 1cm~3cm 比色皿中, 以水为参比, 于分光光度计波长 480nm 处测量其吸光度。

6.1.6 减去标准溶液 (见 6.2.1) 的零浓度溶液的吸光度, 从工作曲线上查出相应银的质量。

### 6.2 工作曲线的绘制

6.2.1 移取 0mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL、5.00mL、6.00mL 银标准溶液 (见 3.7) 分别置于一组 100mL 容量瓶中, 以下按 6.1.4、6.1.5 进行。

6.2.2 减去标准溶液 (见 6.2.1) 的零浓度溶液的吸光度, 以银的质量为横坐标、吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

## 7 分析结果的计算

按式 (3) 计算银的质量分数 (%):

$$Ag = \frac{m_1 - m_2 + m_3}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$m_1$ ——称取银标样的含银质量, 单位为 g;

$m_2$ ——银标样溶液中含银质量, 单位为 g;

$m_3$ ——试料溶液中含银质量, 单位为 g;

$m_0$ ——试料质量, 单位为 g.

## 8 精密度

在不同实验室, 由不同操作者使用不同设备, 按相同的测试方法, 对同一被测对象相互独立进行测试, 获得的两次独立测试结果的绝对差值应不大于表 1 所列的值。

表 1

%

银的质量分数	绝对差值
99.60~99.98	0.025