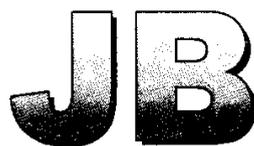


ICS 29.120.20  
K 14  
备案号: 23253—2008



# 中华人民共和国机械行业标准

JB/T 6237.3—2008

代替 JB/T 6237.3—1992

---

## 电触头材料用银粉化学分析方法 第3部分: 邻菲罗啉分光光度法测定铁量

Test methods for chemical analysis of silver powder for electric contact material  
—Part 3: Determination of iron 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 .....	II
1 范围 .....	1
2 方法原理 .....	1
3 试剂 .....	1
4 仪器 .....	1
5 试样 .....	1
6 分析步骤 .....	1
6.1 空白试验 .....	1
6.2 测定 .....	2
6.3 工作曲线的绘制 .....	2
7 分析结果的计算 .....	2
8 精密度 .....	2

## 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—对二甲替氨基亚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3部分。

本部分代替JB/T 6237.3—1992《电触头用银粉化学分析方法 邻菲罗啉分光光度法测定铁量》。

本部分与JB/T 6237.3—1992相比，主要变化如下：

- 将引用标准改为最新版本；
- 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 6237.3—1992。

## 电触头材料用银粉化学分析方法

### 第 3 部分：邻菲罗啉分光光度法测定铁量

#### 1 范围

JB/T 6237 的本部分规定了电触头材料用银粉中铁含量的测定方法。

本部分适用于电触头材料用银粉中铁含量的测定。测定范围：0.001%~0.020%。

#### 2 方法原理

试料以硝酸溶解，用硫脲掩蔽银后，加抗坏血酸还原三价铁为二价；在 pH5.7 时，二价铁与邻菲罗啉形成酒红色络合物，于分光光度计波长 510nm 处测其吸光度。

#### 3 试剂

3.1 硝酸（1+1）。

3.2 硫脲饱和溶液。

3.3 抗坏血酸溶液（10g/L），用时配制。

3.4 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）溶液（60g/L）。

3.5 邻菲罗啉溶液（2g/L），用乙醇配制。

3.6 缓冲溶液（pH5.7）：称取 200g 乙酸钠（ $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ）以 500mL 水溶解，加 9.0mL 冰乙酸，用水稀释至 1000mL，混匀。

3.7 铁标准贮存溶液：称取 0.1000g 金属铁（99.95%以上）置于 250mL 烧杯中，加入 10mL 硝酸（见 3.1），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 100 $\mu\text{g}$  铁。

3.8 铁标准溶液：移取 25.00mL 铁标准贮存溶液（见 3.7）置于 500mL 容量瓶中，加入 2mL 硝酸（见 3.1），用水稀释至刻度，混匀，此溶液 1mL 含 5 $\mu\text{g}$  铁。

#### 4 仪器

分光光度计。

#### 5 试样

按表 1 称取试料，精确至 0.0001g。

表 1

铁的质量分数 （%）	试料质量 g	比色皿 cm
0.001~0.005	0.5000	5
>0.005~0.010	0.5000	3
>0.010~0.020	0.2000	3

#### 6 分析步骤

##### 6.1 空白试验

随同试料做空白试验。

6.2 测定

6.2.1 将试料置于 100mL 烧杯中，加 5mL 硝酸（见 3.1），盖上表面皿，加热溶解并蒸发至浆状，加入 5mL 水溶解盐类。

6.2.2 加 15mL 硫脲饱和溶液（见 3.2），充分摇动至溶液澄清（如有晶体析出，需水浴加热至澄清），加入 2mL 抗坏血酸溶液（见 3.3），混匀，加二滴 EDTA 溶液（见 3.4），15mL 缓冲溶液（见 3.6）、2mL 邻菲罗啉溶液（见 3.5），将显色溶液移入 50mL 容量瓶中，用少量水洗涤烧杯内壁，洗涤溶液移入容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

6.2.3 按表 1 选用比色皿，将部分溶液移入比色皿中，以水作参比，于分光光度计波长 510nm 处测量其吸光度。

6.2.4 减去随同试料的空白吸光度，从工作曲线上查出相应铁的质量。

6.3 工作曲线的绘制

6.3.1 移取 0mL、1.00mL、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL 铁标准溶液（见 3.8）于 50mL 容量瓶中，以下按 6.2.2、6.2.3 进行。

6.3.2 减去试剂空白吸光度，以铁的质量为横坐标、吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按式（1）计算铁的质量分数（%）：

$$Fe = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

$m_1$ ——工作曲线上查得铁的质量，单位为  $\mu\text{g}$ ；

$m_0$ ——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 2 所列的值。

表 2

(%)

铁的质量分数	绝对差值
0.001~0.002	0.0005
>0.002~0.005	0.0006
>0.005~0.010	0.0020
>0.010~0.20	0.0025