

ICS 29.120.20
K 14
备案号: 23254—2008



中华人民共和国机械行业标准

JB/T 6237.4—2008

代替 JB/T 6237.4—1992

JB/T 6237.5—1992

电触头材料用银粉化学分析方法 第 4 部分: 火焰原子吸收光谱法测定镍量

**Test methods for chemical analysis of silver powder for electric contact material
—Part 4: Determination of nickel 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 规范性引用文件	1
3 方法原理	1
4 试剂	1
5 仪器	1
6 试样	1
7 分析步骤	1
7.1 空白试验	1
7.2 测定	2
7.3 工作曲线绘制	2
8 分析结果的计算	2
9 精密度	2
附录 A (资料性附录) 仪器工作条件	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 4 部分。

本部分代替 JB/T 6237.4—1992《电触头用银粉化学分析方法 2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙氨基苯酚分光光度法测定镍量》和 JB/T 6237.5—1992《电触头用银粉化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定镍量》。

本部分与 JB/T 6237.4—1992 和 JB/T 6237.5—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（第 4 章及 6.2）；
- 将允许差改为精密度，表述方式做了相应修改；
- 因 2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙氨基苯酚分光光度法测定镍量的方法基本上不再采用，删除了相应内容；
- 将试样独立成章。

本部分的附录 A 为资料性附录。

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 6237.4—1992；
- JB/T 6237.5—1992。

电触头材料用银粉化学分析方法

第 4 部分：火焰原子吸收光谱法测定镍量

1 范围

JB/T 6237 的本部分规定了电触头材料用银粉中镍含量的测定方法。

本部分适用于电触头材料用银粉中镍含量的测定。测定范围：0.005%~0.050%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 JB/T 6237 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 7728—1987 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

3 方法原理

试料用硝酸分解，氯化银沉淀分离银，在稀酸介质中，使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 232.0nm 处测量其吸光度，共存元素对测定无干扰。

4 试剂

4.1 硝酸 ($\rho=1.42\text{g/mL}$)。

4.2 硝酸 (1+1)。

4.3 盐酸 (1+1)。

4.4 盐酸 (2+98)。

4.5 镍标准贮存溶液，称取 1.000 0g 金属镍 (99.95%以上) 置于 250mL 烧杯中，加 20mL 硝酸 (见 4.2)，盖上表面皿，加热溶解完全，驱除氮的氧化物，冷却，用水冲洗表面皿和杯壁，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 1mg 镍。

4.6 镍标准溶液：移取 10.00mL 镍标准贮存溶液 (见 4.5) 置于 500mL 容量瓶中加入 5.0mL 硝酸 (见 4.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 20 μg 镍。

5 仪器

原子吸收光谱仪附镍空心阴极灯，仪器在最佳工作条件下其性能应符合 GB/T 7728—1987 中 6.3 规定的技术指标要求。

仪器工作条件参见附录 A。

6 试样

按表 1 称取试料，精确到 0.0001g。

7 分析步骤

7.1 空白试验

随同试料做空白试验。

表 1

镍的质量分数 (%)	试料质量 g	硝酸(见 4.2) mL	盐酸(见 4.3) mL
0.005~0.008	5.0000	15	15
>0.008~0.020	2.0000	10	10
>0.020~0.050	1.0000	10	5

7.2 测定

7.2.1 将试料置于 250mL 烧杯中，以少量水将试料润湿，按表 1 加入硝酸(见 4.2)，盖上表面皿，加热溶解，驱除氮的氧化物，冷却。

7.2.2 用水冲洗表面皿和杯壁，使溶液的体积约为 50mL，移置中温电炉中加热，在不断搅拌下，按表 1 加入盐酸(见 4.3)，煮沸，使氯化银沉淀凝聚，试液透明，取下放置 20min。

7.2.3 用慢速定性滤纸倾斜法过滤，用盐酸(见 4.4)洗涤杯壁和沉淀四次，洗滤纸四次，滤液和洗液收集于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

7.2.4 使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 232.0nm 处，以水调零，与标准溶液系列(见 7.3.1)同时分别测量吸光度。

7.2.5 减去标准溶液(7.3.1)、零浓度溶液的吸光度，从工作曲线上查出相应的镍的质量。

7.3 工作曲线绘制

7.3.1 移取 0mL、5.00mL、10.00mL、15.00mL、20.00mL、25.00mL 镍标准溶液(见 4.6)分别置于一组 100mL 容量瓶中，各加入 2.00mL 硝酸(见 4.2)、4.0mL 盐酸(见 4.3)，用水稀释至刻度，混匀。

7.3.2 在与试料测定相同条件下，以水调零测量吸光度，减去零浓度溶液的吸光度，以镍的质量为横坐标、吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

8 分析结果的计算

按式(1)计算镍的质量分数(%)：

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

式中：

m_1 ——从工作曲线查得镍的质量，单位为 μg ；

m_0 ——试料质量，单位为 g。

9 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

镍的质量分数	绝对差值 (%)
0.005~0.010	0.0007
>0.010~0.030	0.0025
>0.030~0.050	0.004

附录 A
(资料性附录)
仪器工作条件

WFX-1B 型原子吸收光谱仪参考工作条件见表 A.1。

表 A.1

波长 nm	灯电流 mA	燃烧器高度 mm	单色器通带 nm	空气流量 L/min	乙炔流量 L/min
232.0	2	6	0.2	6.5	1.1